DER EINFLUSS VON GASBELEGUNGEN AUF DIE PHOTOELEKTRISCHE AUSBEUTE, DIE ENERGIEVERTEILUNG DER PHOTOELEKTRONEN UND DEN BILDKONTRAST IM EMISSIONS-ELEKTRONEN-MIKROSKOP

Dissertation
zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

dem Fachbereich Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Ulrich Fritz
aus Ulm

1978

78 409

DER EINFLUSS VON GASBELEGUNGEN AUF DIE PHOTOELEKTRISCHE AUSBEUTE, DIE ENERGIEVERTEILUNG DER PHOTOELEKTRONEN UND DEN BILDKONTRAST IM EMISSIONS–ELEKTRONEN–MIKROSKOP

Dissertation
zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

dem Fachbereich Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Ulrich Fritz
aus Ulm

1978

Tag der mündlichen Prüfung : 29. Juni 1978

Dekan : Prof. Dr. E. Schmid

1. Berichterstatter : Prof. Dr. G. Möllenstedt

2. Berichterstatter : Prof. Dr. K. H. Gaukler

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Inhaltsverzeichnis

		Seite
I.	Einleitung	1
II.	Versuchsaufbau	3
1.	Das Photoemissions-Elektronenmikroskop Metioskop KE 3	3
2.	Messung der Emissionsstromdichteverteilung der Photoelektronen	6
3.	Messung der Energieverteilung der Photoelektronen	7
4.	Restgasanalyse und thermische Desorptionsmessung	10
III.	Versuchsergebnisse	13
1.	Polykristalline Kupferoberfläche	13
1.1	Kontrast und Bildhelligkeit	16
1.1.1	Sauerstoff	16
1.1.2	Argon	22
1.1.3	Butan	28
1.2	Die Energieverteilung der Photoelektronen bei erhöhtem Partialdruck von Sauerstoff, Argon und Butan	35
1.3	Untersuchung der Belegungsschichten mittels thermischer Desorption	40
1.4	Beobachtung von Adsorptions- und Desorptionsvorgängen	43
2.	Untersuchungen an Kupfer-Epitaxieschichten	49
3.	Untersuchungen an Silizium-Einkristallen	54
4.	Untersuchungen an polykristallinen Wolframoberflächen	58
5.	Untersuchungen an Hartmetallen	61
IV.	Zusammenfassung	63
V.	Literaturverzeichnis	66

I. Einleitung

Das Photoemissions-Elektronenmikroskop (PEM) ermöglicht eine zerstörungsfreie Abbildung planer Festkörperoberflächen mit einer lateralen Auflösung von einigen 10 nm und einer Informationstiefe von wenigen nm. Dazu wird mit Hilfe einer Kathodenlinse und eines Projektivs die Stromdichteverteilung der vom Objekt emittierten Photoelektronen in die Registrierebene übertragen. Lokale Unterschiede der photoelektrischen Ausbeute infolge von Unterschieden in der kristallographischen oder chemischen Zusammensetzung des abgebildeten Objektbereichs führen zu Kontrasten im Endbild. Dies gestattet die Beobachtung von Oberflächenveränderungen wie Oxidation, Karburierung und Reduktion, wenn die Objekttemperatur sowie Druck und Zusammensetzung des Restgases in der Objektumgebung geeignet gewählt werden. Besonders interessant ist es, die Adsorption von Gasen als Vorstufe einer chemischen Reaktion zwischen Gasphase und Objektoberfläche im PEM zu verfolgen. Die Belegungsschichten erreichen hierbei wahrscheinlich eine Bedeckung von höchstens einigen Monolagen. Diese Schichten haben einen entscheidenden Einfluß auf die photoelektrische Ausbeute, auf die Energieverteilung der Photoelektronen und auf die erzielbaren Bildkontraste. Neben der Auflösungsgrenze, die wesentlich von der Energieverteilung der Photoelektronen abhängt, sind aber gerade die Kontraste und die Endbildhelligkeit ein wichtiges Kriterium für die Leistungsfähigkeit der Photoemissions-Elektronenmikroskopie.

Bei Untersuchungen mit dem Photoemissions-Elektronenmikroskop gibt es mehrere Möglichkeiten zur Beeinflussung der Bildkontraste und des Emissionsstroms : Die Präparation der Objekte /1/, die spektrale Zusammensetzung und Polarisation der die Photoelektronen auslösenden UV-Strahlung /2/, ein Eingriff in die Emissionscharakteristik mit Hilfe von Aperturblenden /3/ und das Aufbringen von Schichten zur Senkung der Austrittsarbeit /1/.

Neben diesen beeinflußbaren Emissionsstrom- und Kontraständerungen treten auch scheinbar unkontrollierbare Änderungen infolge von aufwachsenden Kontaminationsschichten auf /4/. Die häufigsten Quellen für eine Kontamination der Objektoberfläche sind eine Verunreinigung des Objekts, die durch Diffusion aus dem Innern an die Oberfläche gelangt; Rückstände aus Ätz- und Reinigungsbädern; Beläge auf der Objekthalterung und das Restgas in der Umgebung des Objekts /5/. Geeignete Reinigungs- und Präparationstechniken schließen die ersten drei Quellen weitgehend aus, so daß die das Objekt umgebende Gasphase im PEM den Hauptbeitrag liefert.

In der vorliegenden experimentellen Arbeit wurde untersucht, inwieweit die photoelektrische Ausbeute, der Bildkontrast und die Energieverteilung der Photoelektronen durch kontrolliertes Einlassen von Gasen in die Objektkammer gesteuert werden können. Als Objekte wurden polykristalline Festkörperoberflächen und Einkristalle definierter Orientierung gewählt, die mechanisch und elektrolytisch poliert waren. Zum Vergleich mit diesen vorbehandelten Objekten wurden im Mikroskop durch epitaktisches Aufdampfen von Kupfer auf Steinsalzspaltflächen hergestellte Einkristallschichten untersucht.

II. Versuchsaufbau

1. Das Photoemissions-Elektronenmikroskop Metioskop KE 3

Die Untersuchungen wurden mit dem kommerziellen Photoemissions-Elektronenmikroskop Metioskop KE 3 der Firma Balzers, Liechtenstein, durchgeführt /6/.

Fig. 1 zeigt das verwendete Gerät im Schnitt. Das plane Objekt (1) befindet sich gegenüber der Anode (4) auf negativer Hochspannung von 20 kV bis 50 kV. Die Anode ist als Wechselanode mit sechs Anodenblenden ausgebildet, die nacheinander auf optische Achse gebracht werden können, wenn durch Verschmutzung die Auflösung oder durch Beläge bei Hochtemperaturversuchen die Bildhelligkeit beeinträchtigt werden.

Die Elektronenauslösung erfolgt durch UV-Bestrahlung, durch Beschuß mit Neutralteilchen aus einer Gasentladung (3) oder durch Erhitzen mittels einer Widerstands- oder Elektronenstoßheizung, mit der Temperaturen bis zu 2000 K erreicht werden können.

Die ausgelösten Elektronen werden im homogenen elektrischen Feld vor dem Objekt zur Anode beschleunigt und liefern ein virtuelles Bild der Objektoberfläche. Über die magnetische Objektivlinse (5) mit Stigmator und Aperturblende, die Zwischenlinse (6) und das Projektiv (7) erhält man auf dem Leuchtschirm bzw. auf der Photoplatte das Endbild. Unter der Zwischenlinse sitzen die Bereichsblende und der Zwischenbildschirm auf einem Drehteller.

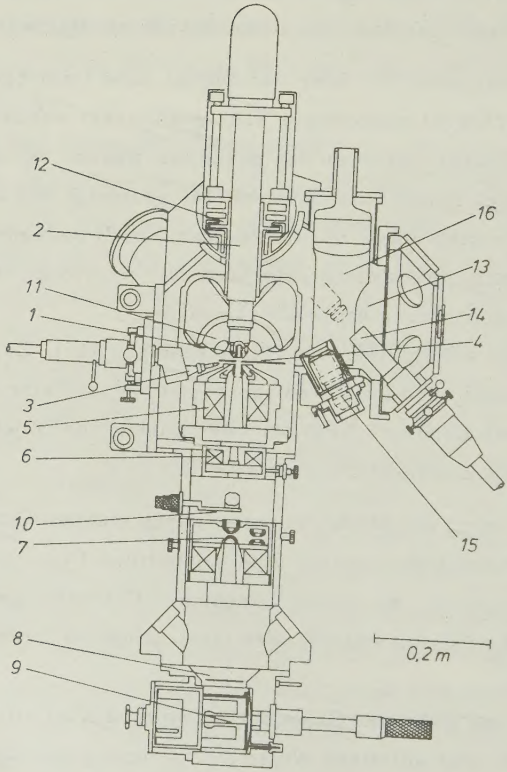
Die einstufige Abbildung mit dem Objektiv liefert eine 38-fache Vergrößerung. Sie kann unter Hinzunahme der Projektivlinse je nach Polschuh bis auf das 6000-fache gesteigert werden.

Die Auslösung der Photoelektronen erfolgt mittels vier Quecksilberhöchstdrucklampen (Osram HBO 100W/2) mit Quarzoptik (11), deren Strahlung an einer Aluminiumanodenplatte zur Erhöhung der Beleuchtungsapertur gespiegelt wird /7/. Infolge der starken chromatischen Aberration der Quarzoptik, die als Doppelkondensorsystem ausgebildet

ist, kann durch ein Verschieben der UV-Quelle der Spektralbereich der auf das Objekt fokussierten Strahlung geändert werden. Dies bewirkt eine Monochromatisierung der zur Emission beitragenden Strahlung auf einen Wellenlängen bereich von 10 nm bis 20 nm Halbwertsbreite.

Mit dem Objektkreuztisch (12) kann das Objekt ohne Unterbrechung des Vakuums in die Präparationskammer (13) geschwenkt werden. Dort befindet sich das Objekt zwischen den gekühlten Wänden der Kühlfalle. Das Objekt kann hier durch Ionenbeschuß (14) gereinigt und mittels zweier Aufdampfvorrichtungen mit Kohle oder Metall bedampft werden. Die Schichtdicke und die Aufdampfrate kann mit einer Schwingquarz-schichtdickenmeßeinrichtung kontrolliert werden.
Der Probenwechsel erfolgt über die Objektschleuse (15). Zur Herstellung des Vakuums wird eine Rotationsvorpumpe und eine Öldiffusionspumpe benutzt. Der Enddruck liegt bei Verwendung der Objektraumkühlung mit flüssigem Stickstoff unter 10^{-4} Pa.

Um eine Beeinflussung der Meßergebnisse durch starkes Entgasen der Photoplatten auszuschließen, wurde eine zusätzliche Plattenkamera an das Mikroskop gebaut, so daß mit insgesamt 17 Platten gearbeitet werden konnte. Die Platten wurden über einen längeren Zeitraum im Gerät entgast.
Zusätzlich wurde auf Höhe des Objekts eine weitere Kühlfalle eingebaut. Das Objekt war auf diese Weise weitgehend gegen unerwünschten Gasanfall geschützt.



Figur 1 : Metioskop KE 3

(1) Objekt; (2) Objekthalter; (3) Ionenquelle; (4) Anodenplatte; (5) Objektiv; (6) Zwischenlinse; (7) Projektiv; (8) Endbildleuchtschirm; (9) Plattenkamera; (10) Zwischenbildschirm; (11) Quarzoptik; (12) Objektkreuztisch; (13) Präparationskammer; (14) Ionen-Ätzeinrichtung; (15) Objektschleuse; (16) Kühlfalle

2. Messung der Emissionsstromdichteverteilung der Photoelektronen

Während der Messungen wurde der Partialdruck der eingelassenen Gase auf $3 \cdot 10^{-3}$ Pa eingestellt. Die Gase wurden durch die Neutralteilchenquelle bei abgeschalteter Entladungsspannung unmittelbar vor der Objektoberfläche eingelassen. Dadurch entsteht ein auf die Objektoberfläche gerichteter Gasstrahl.
Bekanntlich beträgt die Bedeckungszeit t für eine monoatomare Belegung beim Druck p unter der Annahme eines Haftkoeffizienten von eins

$$t \sim (10^{-4} \text{ Pa sec}) / p .$$

Somit wäre bei den vorgegebenen Vakuumverhältnissen die Oberfläche bereits nach etwa einer Sekunde mit einer Monolage bedeckt. Mit zunehmender Belegung und Erhöhung der Objekttemperatur nimmt der Haftkoeffizient jedoch um Größenordnungen ab /8/, wodurch Adsorptionsuntersuchungen und die damit verbundenen Emissionsstromänderungen bei Einsatz schnell registrierender Nachweisgeräte dennoch der Messung im Emissionselektronenmikroskop zugänglich sind /9/.

Die Objekte wurden vor der Begasung im PEM Metioskop KE 3 ausgeheizt und durch Beschuß mit Argonionen gereinigt. Das Objekt konnte hierbei auf dem Leuchtschirm beobachtet und die zu analysierende Stelle ausgewählt werden. Für die vorliegenden Untersuchungen wurde die Objektoberfläche als genügend sauber angesehen, wenn sie nach wiederholter Reinigung gleiches Emissionsverhalten zeigte. Es zeigte sich, daß die Meßergebnisse nur dann reproduzierbar waren, wenn die Oberflächen kurzzeitig mit Ionen des Testgases beschossen wurden.

Der Verlauf des Emissionsstroms an verschiedenen Objektstellen während des Aufwachsens einer Gasbelegung wurde mit einem Faradaykäfig im Endbild und einem Picoampèremeter Modell 427 der Firma Keithly aufgenommen. Die Anstiegszeit der Meßanordnung beträgt

weniger als 0,1 Sekunden für eine Verstärkung von 10^{11} und kann damit gegenüber den zeitlichen Änderungen des Emissionsstroms vernachlässigt werden.

Zur Strommessung wurden keine Aperturblenden in das Objektiv eingesetzt. Die Stromdichten wurden unter Berücksichtigung der Vergrößerung und der Meßfläche des Faradaykäfigs auf das Objekt zurückgerechnet. Die Aufnahmen zur Darstellung der Kontraständerungen erfolgten dagegen mit Aperturblenden von 100 µm Durchmesser, um die Bildauflösung zu verbessern und UV-Streulicht von der Fotoplatte abzuhalten. Diese Blenden führten hier zu keiner Kontrastverfälschung wie Vergleichsaufnahmen mit einer 400 µm Blende zeigten.

Die Versuchsanordnung ermöglichte die Untersuchung definierter Objektbereiche mit einem Durchmesser von etwa 10 µm.

3. Messung der Energieverteilung der Photoelektronen

Zur Messung der Energieverteilung der Photoelektronen wurde ein elektrostatischer Energieanalysator anstelle des Zwischenbildschirms eingeschwenkt /10/. Die Analysatorlinse sitzt auf dem von außen drehbaren und verschiebbaren Bereichsblendenteller, so daß die Möglichkeiten zur Oberflächenabbildung im Mikroskop nicht eingeschränkt wurden. Die Mittelelektrode des Analysators liegt auf Objektpotential. Die Hochspannungsfestigkeit reicht bis 40 kV. Zur Registrierung der Eichmarken für den Energiemaßstab wurden Monozellen von 1,5 V in Reihe mit der Mittelelektrode geschaltet.

Über der Analysatorlinse befindet sich in der Zwischenbildebene der justierbare Feinspalt. Mit der Zwischenlinse wurde der ausgewählte Objektbereich auf den Analysatorspalt abgebildet. Die Auswahl der Objektstelle erfolgte bei ausgefahrenem Analysator. Er wurde erst zur Registrierung der Spektren in den Strahlengang geschwenkt.

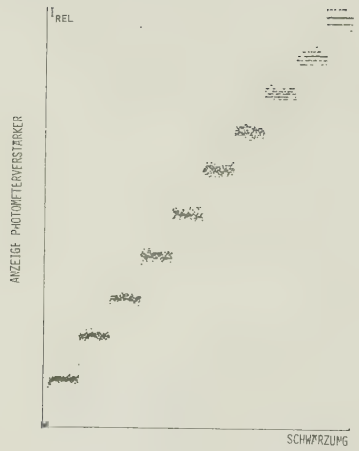
Der elektrostatische Energieanalysator wurde im Kaustikstrahlengang (Strichfokussierung 1. Ordnung) betrieben. Dadurch erzielt man eine hohe Energieauflösung bei großer Intensität. Die Dispersion des Analysators wurde zu 180 µm/V bei 30 kV bestimmt, so daß auf eine Nachvergrößerung durch das Projektiv bei den meisten Spektren verzichtet werden konnte.

Testaufnahmen ergaben, daß in einem Energiebereich von 10 eV die Dispersion und die Energieauflösung konstant sind, was die Auswertung der Spektren vereinfachte.

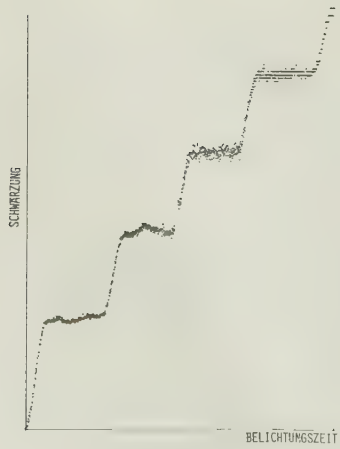
Die Spektren wurden auf Scientia-Film registriert und daraus die Energieverteilung der Photoelektronen durch Photometrieren mit einem Scanning-Mikroskop-Photometer (Axiomat der Firma Zeiss) gewonnen und mit dem angeschlossenen Kleinrechner ausgewertet. Das Photometer und das entwickelte Steuer- und Auswerteprogramm arbeiten bis zur Schwärzung 1,5 linear, wie die Photometerkurve eines geeichten Stufenkeils zeigt (Fig. 2).

Die Linearität des Filmmaterials und des Entwicklers wurden mittels eines im Mikroskop hergestellten Stufenkeils überprüft. Nach der Aufnahme des Keils wurde der Film halbiert und die gleich belichteten Hälften mit den Entwicklern Dokumol bzw. Neutol je zwei und drei Minuten entwickelt.

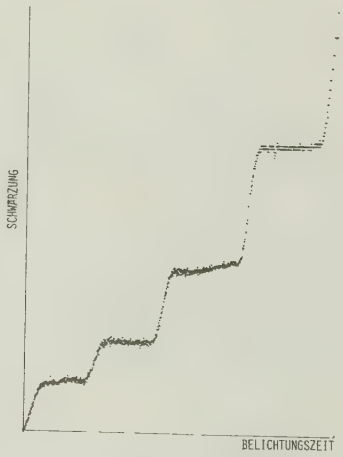
Man erhält nur bei einer zweiminütigen Entwicklung mit Dokumol eine zur Exposition lineare Photometerkurve (Fig. 3). Die aufgenommenen Energiespektren wurden deshalb immer mit Dokumol zwei Minuten entwickelt.



Figur 2 : Photometeranzeige
(geeichter Stufenkeil)



a)

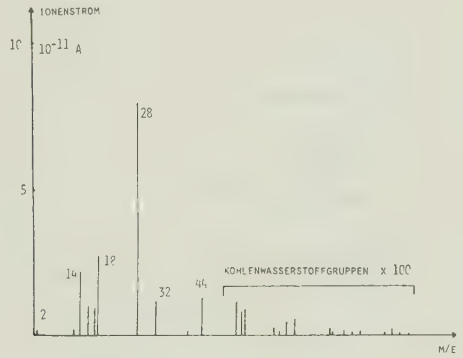


b)

Figur 3 : Stufenkeil
a) 2 Minuten in Dokumol entwickelt
b) 3 Minuten in Dokumol entwickelt

4. Restgasanalyse und Desorptionsmessung

Zur Restgasanalyse und zur Bestimmung des jeweiligen Partialdrucks wurde ein Quadrupol-Massenspektrometer des Typs QMA 111 der Firma Balzers verwendet. Fig. 4 zeigt ein bei den vorgegebenen Betriebsbedingungen aufgenommenes Restgasspektrum.

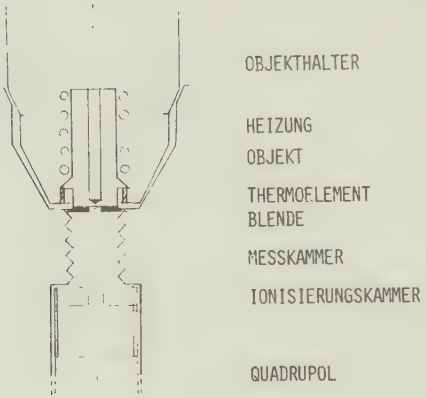


Figur 4 : Restgasspektrum

Die Kohlenwasserstoffe werden beim Betrieb der Kühlfalle fast vollständig kondensiert. Die Restgasatmosphäre wird hauptsächlich durch die Massen 14 (N_2^{++}), 16 (O_2^+), 17 (OH^+), 18 (H_2O), 28 (N_2^+, CO^+), 32 (O_2) und 44 (CO_2^+) bestimmt /11/. Der hohe Partialdruck des Sauerstoffs dürfte von Undichtigkeiten an den Schwenk- und Drehvorrichtungen des Mikroskops herrühren ; die Kohlenwasserstoffe von den gefetteten Dichtungsringen an diesen Stellen.

Die aufgewachsenen Gas-Belegungsschichten wurden mittels thermischer Desorption in einer Meßkammer aus Edelstahl in Verbindung mit dem Quadrupol-Massenspektrometer in der Präparationskammer des Metioskops KE 3 untersucht.

Fig. 5 zeigt den Aufbau der Desorptionskammer.



Figur 5 : Desorptionskammer

Unmittelbar nach der Begasung kann das Objekt ohne Unterbrechung des Vakuums aus der Aufnahmestellung in die Desorptionskammer gefahren werden. Der obere Teil des Objekthalters mit der Objektheizung schließt die Meßkammer gegen den Mikroskopraum ab. Die Objektoberfläche befindet sich dann 15 mm vor der Eintrittsöffnung des Massenspektrometers. Eine Blende von 6 mm im Durchmesser gibt die Probenmitte zur Analyse frei. Infolge des kleinen Volumens der Desorptionskammer erreicht man eine hohe Meßempfindlichkeit. Desorbierte Moleküle, die beim Eintritt in den Quadrupol nicht ionisiert wurden, werden durch die Entlüftungsschlitze in Höhe der

Quadrupolstäbe abgepumpt. Dadurch wird eine Rückströmung verhindert, das Vakuum im Quadrupol verbessert und eine gute zeitliche Auflösung bei der Messung erreicht.

Die Desorptionskammer wurde vor den Untersuchungen ausgeheizt, um Verfälschungen der Meßergebnisse durch Gasabgabe von der Wandung auszuschließen. Während der Messungen wurde die Desorptionskammer auf einer Temperatur von 400 K gehalten. Dadurch wurde vermieden, daß vom Objekt desorbierende Teilchen sich an der Wandung niederschlagen und damit nicht bis zum Eintrittsspalt des Massenspektrometers gelangen /12/. Obwohl keine UHV-Bedingungen vorliegen, sind unter diesen Bedingungen thermische Desorptionsmessungen im Metioskop KE3 möglich.

Vor und nach den Desorptionsmessungen wurde ein Restgasspektrum aufgenommen. Die Messungen wurden bei einem Druck von 10^{-5} Pa durchgeführt. Die Objekttemperaturen lagen zwischen 300 K und 1100 K. Die Objekttemperatur wurde mit einem Thermoelement gemessen und simultan mit dem Desorptionsspektrum registriert, so daß eine eindeutige Zuordnung vorgenommen werden konnte.

Zur Auswertung wurden die aufgenommenen Desorptionsspektren mit einem Rechner verarbeitet. Hierbei wurde über eine Vielzahl gleichartiger Messungen gemittelt und die vor und nach der Desorption vorhandenen Restgaskomponenten berücksichtigt.

III. Versuchsergebnisse

1. Polykristalline Kupferoberfläche

Die Verwendung grobkristalliner Objekte stellt die gleiche Vorbehandlung der verschiedenen Kristallorientierungen sicher und ermöglicht es, das Aufwachsen der Belegungsschichten für diese Orientierungen unter gleichen Bedingungen simultan anhand der Kontraständerungen im Endbild zu verfolgen.
Polykristallines Kupfer zeigt im Photoemissions-Elektronenmikroskop einen ausgeprägten Orientierungskontrast und eignet sich somit besonders gut für Kontrastuntersuchungen. Die Austrittsarbeit liegt zwischen 4,45 eV für die (110)- und 4,98 für die (111)-Orientierung der Oberfläche /13/.
Eine Messung des Photoemissionsstroms bei Verwendung von UV-Kantenfiltern der Firma Schott & Gen. ergab, daß für die Auslösung der Photoelektronen im wesentlichen Wellenlängen unter 280 nm beitragen, was einer Photonenenergie größer 4,7 eV entspricht.

Die kinetische Energie der Photoelektronen ergibt sich zu :

$$E_{kin} = hf - A$$

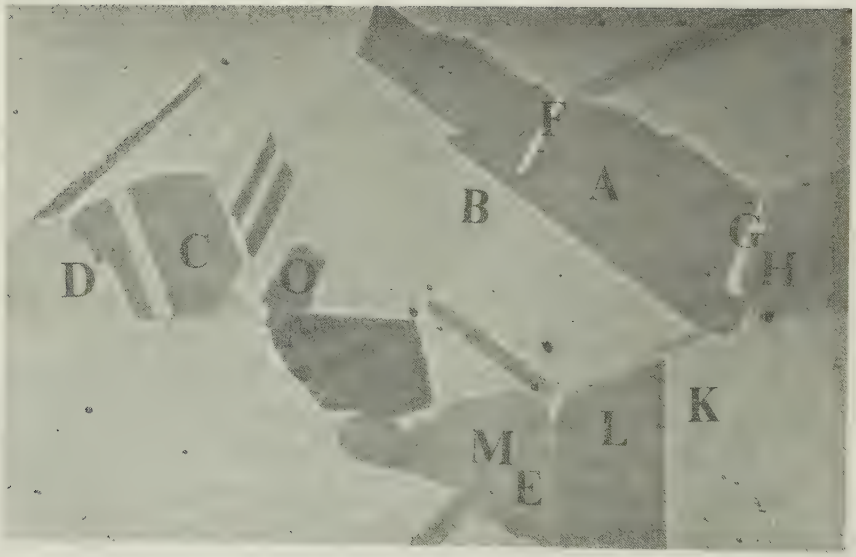
A : Austrittsarbeit
f : Frequenz der auslösenden UV-Strahlung

Da die Quantenausbeute sehr stark mit der Photonenenergie im Bereich der Grenzwellenlänge zunimmt, können sich bereits geringe Änderungen der Austrittsarbeit durch Adsorbatschichten stark auf die Photoelektronenausbeute auswirken. Mit wachsendem Bedeckungsgrad tritt dabei eine monotone Veränderung der Austrittsarbeit oder ein relatives Minimum auf, was zu einem entsprechenden Verlauf der Photoausbeute führt /14/.

Änderungen des Bedeckungsgrads führen somit zu Änderungen des Elektronenemissionsstroms sowie der Energieverteilung der Photoelektronen. Die sich an der Oberfläche abspielenden Oberflächenveränderungen können daher mit Hilfe dieser Messungen untersucht werden.

Die Objektoberfläche wurde wie oben beschrieben gereinigt. Der Partialdruck der eingelassenen Gase wurde auf $3 \cdot 10^{-3}$ Pa eingestellt. Bei diesen Drucken konnte noch eine ausreichende Hochspannungsstabilität des Mikroskops über längere Beobachtungszeiträume sichergestellt werden.
Es wurde der Verlauf des Kontrastes, der Photoelektronenausbeute einzelner Objektbereiche und die Energieverteilung der Photoelektronen in Abhängigkeit von der Begasungsdauer für elf verschiedene Gase untersucht. Die verwendeten Gase waren Argon, Helium, Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff, Kohlendioxyd, Methan, Aethan, Butadien, Butan und Dymethylalkohol. Die Untersuchungen wurden jeweils bei den Objekttemperaturen 360 K, 580 K und 820 K durchgeführt. Die Belichtungszeiten betrugen bis zu 10 Sekunden. Es wurden stets mehrere Aufnahmeserien in unterschiedlichen Zeitabständen gemacht, so daß eine lückenlose Darstellung der sich am Objekt abspielenden Veränderungen gewonnen wurde.

Fig. 6 zeigt die ausgewählte Objektstelle des polykristallinen Kupferobjekts und die untersuchten Körner A bis O. Als Ausschnitt der insgesamt durchgeführten Messungen werden im folgenden nur die bei der Begasung auftretenden Emissionsstrom- und Kontraständerungen für die Gase Sauerstoff, Argon und Butan an den Körnern A, B, C und D dargestellt.



Figur 6 : Untersuchte Objektstelle des polykristallinen Kupferobjekts

10 µm

1.1 Kontrast und Bildhelligkeit

1.1.1 Sauerstoff

Fig. 7 zeigt die Objektstelle bei einer Temperatur von 360 K bei Belegung mit Sauerstoff. 10 Sekunden nach dem Einlassen von Sauerstoff emittieren Korn A und Korn B ungefähr gleich (Fig. 7a). Deutlich kann man die Körner A, F, G und H unterscheiden. Im linken unteren Teil der Abbildung erkennt man kaum einen Unterschied zwischen den Körnern K, L und M.
Nach 30 Sekunden emittiert Korn A wesentlich stärker als Korn B (Fig. 7b). Korn F hebt sich von Korn A nicht mehr ab und an der Grenze zu Korn H ist das Korn G nicht mehr zu erkennen. Zwischen den Körnern K und L erfolgt eine Kontrastumkehr.
Fig. 7c zeigt die Kontraste 60 Sekunden nach dem Einlassen von Sauerstoff. Im gesamten Bildbereich haben sich die Kontraste verstärkt. Korn A zeigt eine sehr helle Emission und hebt sich von Korn B deutlich ab. Im Vergleich mit Fig. 7a schlägt nach 60 Sekunden zwischen den Körnern F und G der Kontrast um.
Mit fortschreitender Gasbelegung treten weitere Kontraständerungen auf. Nach 8 Minuten (Fig. 7d) ergibt sich zwischen den Körnern E und L ein Kontrastumschlag. Ebenfalls oberhalb von Korn F. Im linken oberen Teil des Bildes wird der Kontrast schwächer.
Nach etwa 15 Minuten (Fig. 7e) stellen sich Kontrastverhältnisse ein, die sich bei weiterer Begasung nur noch geringfügig ändern. Kleinere Kontraständerungen konnten noch nach 60 Minuten beobachtet werden.

Fig. 7 gibt die jeweiligen Momentaufnahmen der Kontrastverteilung wieder. Fig. 8 zeigt nun den zeitlichen Verlauf der Emissionsstromdichte an den Körnern A, B, C und D bei 360 K. Die Emissionsstromdichte erreicht für alle vier Körner etwa 10 Sekunden nach der Reinigung ein Maximum. Nach 30 Sekunden erfolgt ein Abfall der Elektronenemission, der für die einzelnen Körner unterschiedlich stark ausfällt.

Nach Durchlaufen eines Minimums nimmt die Emission monoton zu, wobei sich die Kurven für jedes Korn annähernd aus geraden Strecken abnehmender Steigung zusammensetzen. Die Knickstellen deuten darauf hin, daß jeweils ein bestimmter Belegungszustand erreicht ist. Nach 60 Sekunden erhält man die in Fig. 7c gezeigten Kontrastverhältnisse. Die Emissionsstromdichte liegt nach 15 Minuten für alle Körner im Bereich von 10^{-5} A/cm^2.

Der Einfluß der Objekttemperatur auf die Elektronenemission während der Begasung mit Sauerstoff wird im Vergleich von Fig. 8 bei 360 K mit Fig. 9 bei 580 K deutlich. Der allgemeine Kurvenverlauf entspricht noch etwa dem bei 360 K, jedoch fällt das Anfangsmaximum flacher aus und ist bei den Körnern B und D kaum noch ausgebildet. Die Emissionsstromdichte nach 15 Minuten ist bei 580 K um eine Größenordnung geringer.
Die entsprechende Kontrastverteilung bei 580 K wird in Fig. 10 wiedergegeben. Bereits nach 20 Sekunden (Fig. 10a) stellen sich stabile Kontrastverhältnisse ein. Mit zunehmender Begasungsdauer verstärkt sich der Kontrast.

Im Vergleich dazu zeigt Fig. 11 die Kontrastverteilung bei einer Objekttemperatur von 820 K. Im Gegensatz zu tieferen Temperaturen ergeben sich bereits nach 10 Sekunden deutliche Kontraste. Die Korngrenzen sind über den ganzen Bildbereich infolge thermischer Ätzung klar gezeichnet /15/.
Der Verlauf der Ausbeutekurven bei einer Objekttemperatur von 820 K ist in Fig. 12 dargestellt. Man sieht, daß gegenüber den Kurven bei 360 K und 580 K das Anfangsmaximum zu kürzeren Zeiten auftritt und daß mit wachsender Begasuungsdauer die Emission nahezu konstant bleibt. Bei 820 K ist die Emissionsstromdichte um beinahe zwei Größenordnungen geringer als bei 360 K.

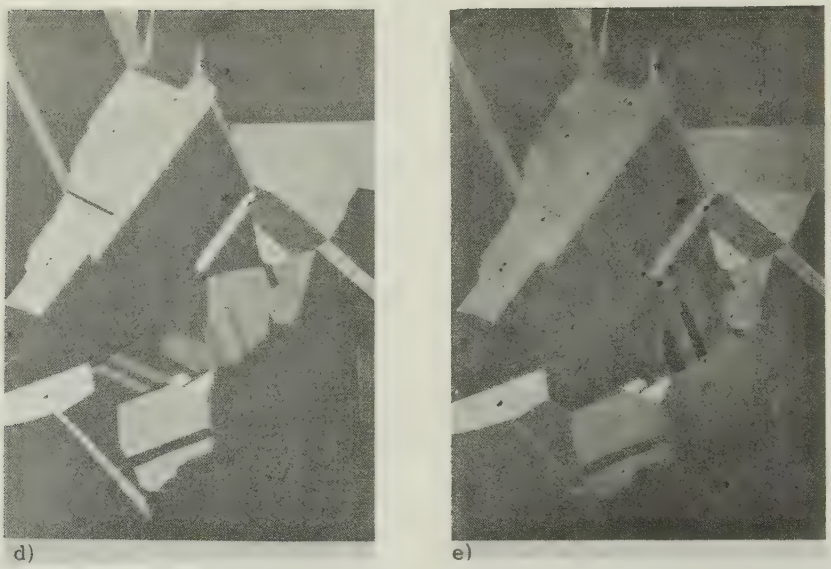
a)

b)

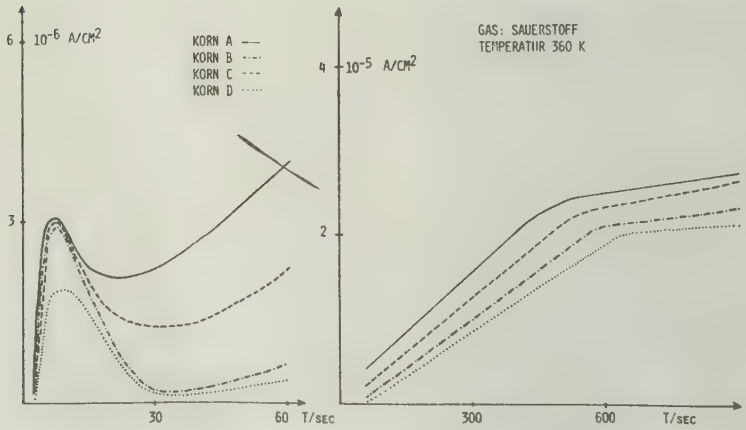
c)

Figur 7 : Der Kontrast nach Einlassen von Sauerstoff bei 360 K (a) 10 Sekunden; (b) 30 Sekunden (c) 60 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

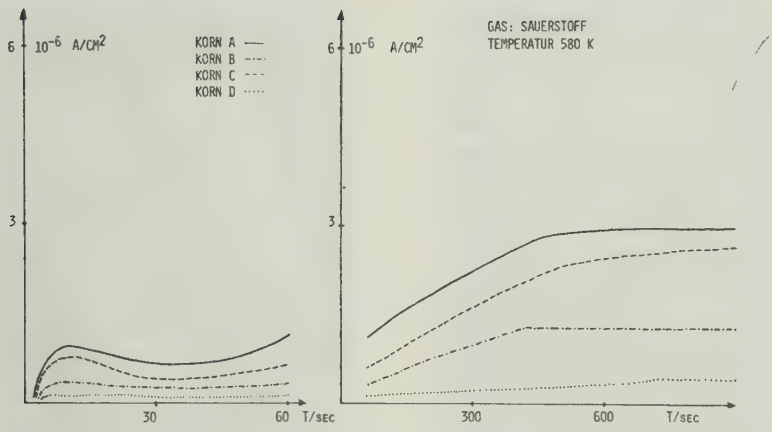
10 µm



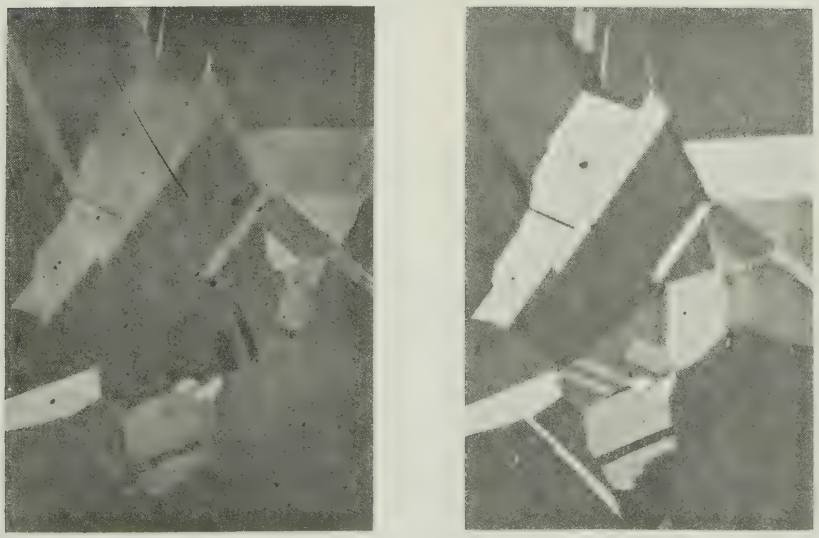
Figur 7 : Der Kontrast nach Einlassen von Sauerstoff bei 360 K (d) 8 Minuten; (e) 15 Minuten nach der Reinigung durch Ionenbeschuß



Figur 8 : Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 360 K nach Einlassen von Sauerstoff

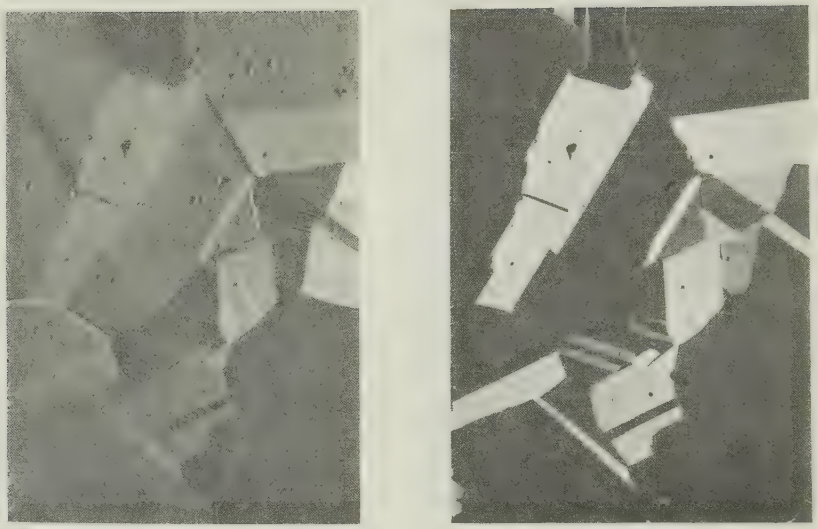


Figur 9 : Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 580 K nach Einlassen von Sauerstoff



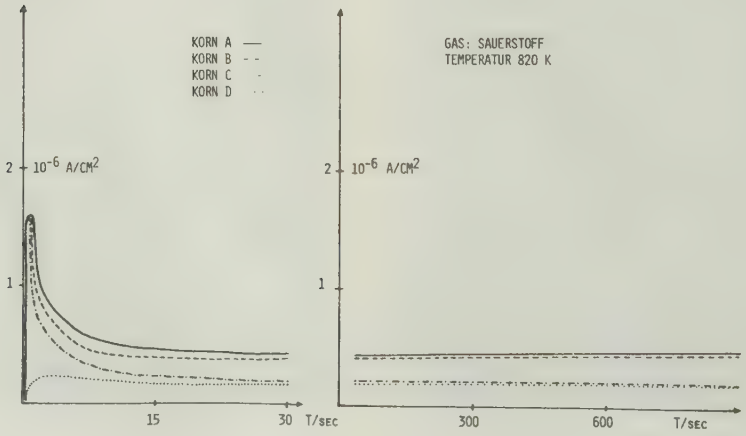
a) b)

Figur 10 : Der Kontrast nach Einlassen von Sauerstoff bei 580 K (a) 30 Sekunden; (b) 300 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß



a) b)

Figur 11 : Der Kontrast nach Einlassen von Sauerstoff bei 820 K (a) 10 Sekunden; (b) 300 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

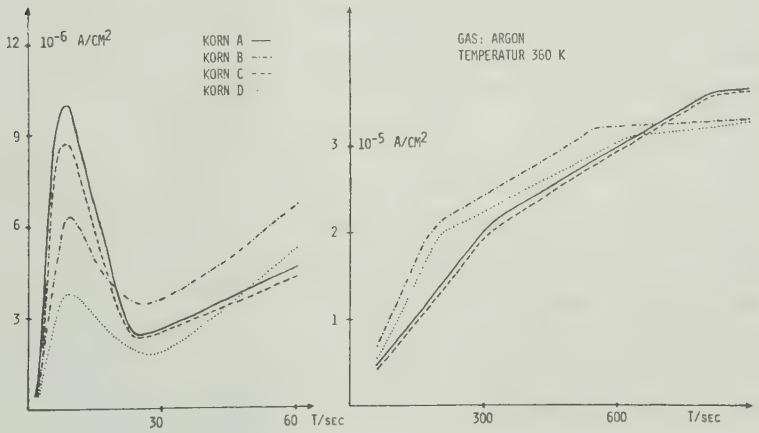


Figur 12 : Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 820 K nach Einlassen von Sauerstoff

Die Versuche mit Sauerstoff ergaben, daß im gesamten untersuchten Temperaturbereich von 360 K bis 820 K deutliche Kontraste zwischen den einzelnen Körnern auftreten, die sich mit wachsender Belegung zum Teil stark verändern. Bei hohen Temperaturen wird wegen der geringen Emissionsstromdichte die Scharfstellung und die Registrierung der Bilder erschwert. Da in der Restgasatmosphäre des PEM Metioskop selbst unter besten Vakuumbedingungen ein hoher Sauerstoffpartialdruck vorliegt, muß während längeren Untersuchungen der Einfluß dieser Restgaskomponente auf den Kontrast berücksichtigt werden.

1.1.2 Argon

Häufig werden die Objekte im Emissions-Elektronenmikroskop durch Beschuß mit Argonionen an der Oberfläche gereinigt. Daher wurde der Einfluß von Argonbelegungen auf den Kontrast untersucht.



Figur 13: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 360 K nach Einlassen von Argon

Fig. 13 zeigt den Verlauf des Emissionsstroms bei einer Objekttemperatur von 360 K bei Begasung mit Argon. Es stellt sich wie mit Sauerstoff ein hohes Anfangsmaximum der Elektronenemission ein. Die Ausbeutekurven der einzelnen Körner schneiden sich jedoch im Gegensatz zu Sauerstoff an verschiedenen Stellen. Solche Überschneidungen entsprechen einer Kontrastumkehr der betreffenden Körner /16/. Nach etwa 15 Minuten erhält man wieder stabile Kontrastverhältnisse. Allerdings ist die Emission verglichen mit Sauerstoff bei 360 K etwa doppelt so hoch.

Die entsprechenden Aufnahmen zeigt Fig. 14. Ein Vergleich mit den entsprechenden Bildern bei Sauerstoffeinlaß (Fig. 7) zeigt, daß die Kontraste zwischen den einzelnen Körnern bei Argon etwas stärker ausgebildet sind. Nach 60 Sekunden treten keine wesentlichen Veränderungen mehr auf.

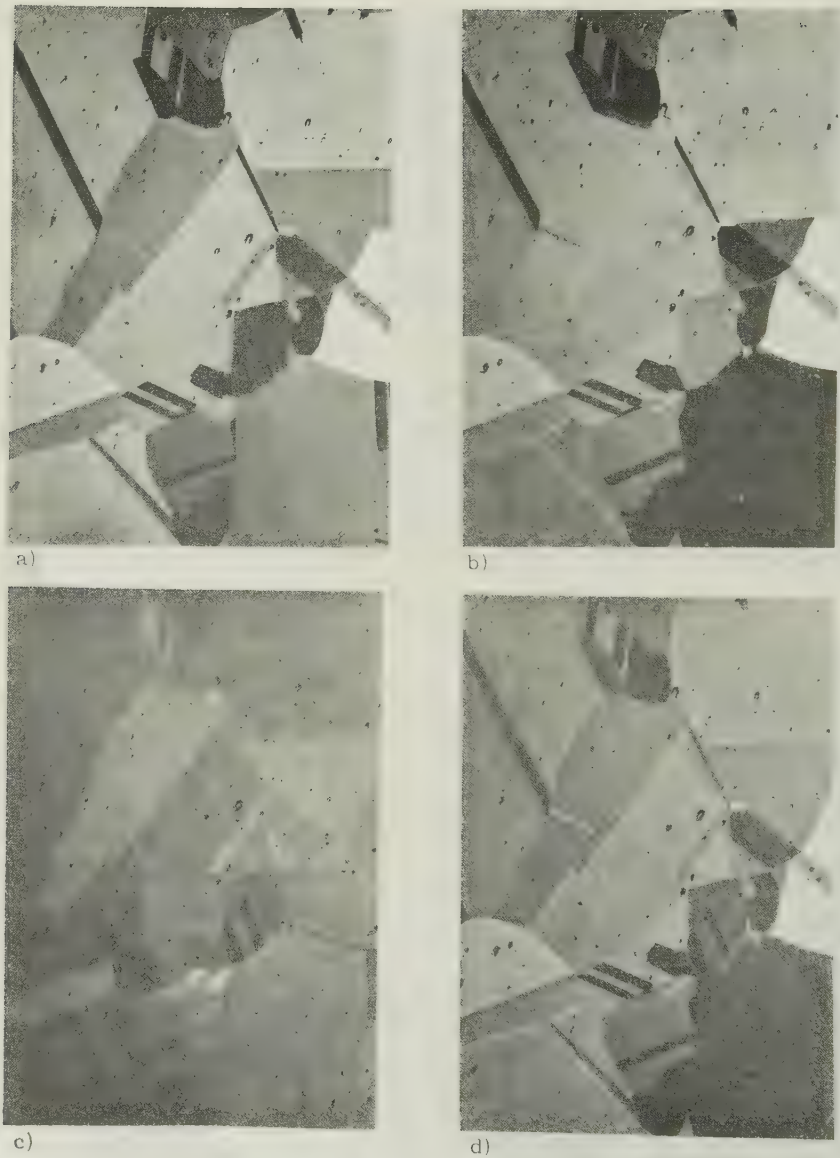
Die Unterschiede im Kontrast bei Belegung mit Argon und Sauerstoff treten auch bei 580 K auf (Fig. 15).
Die dieser Temperatur entsprechenden Ausbeutekurven sind in Fig. 16 aufgetragen und entsprechen in ihrem Verlauf den Verhältnissen bei 360 K (Fig. 13), allerdings ist der Endwert der Emission um fast eine Größenordnung höher als bei Verwendung von Sauerstoff.

Bei einer Objekttemperatur von 820 K verlaufen die Ausbeutekurven für Sauerstoff (Fig. 12) und für Argon (Fig. 17) ähnlich. Das Anfangsmaximum ist wieder zu kürzeren Zeiten verschoben und die Elektronenemission nimmt nach einer Begasung von 30 Sekunden nur noch geringfügig zu. Die Emissionsstromdichte ist verglichen mit dem Wert bei 580 K um einen Faktor 15 gesunken, liegt jedoch immer noch um einen Faktor vier höher als bei Sauerstoff.

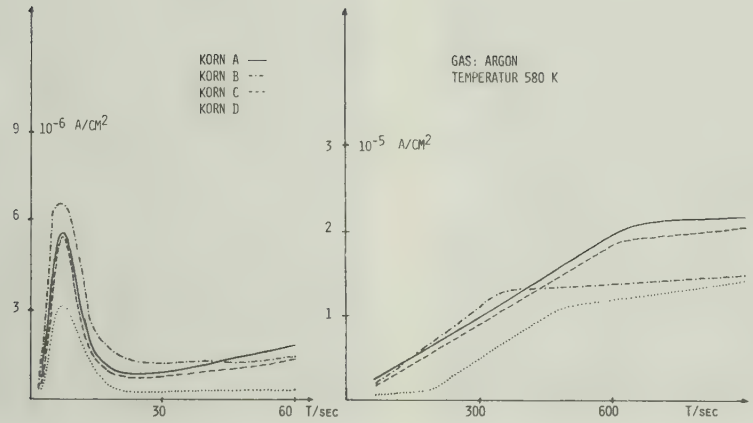
Fig. 18 zeigt die Aufnahmen bei 820 K. Die Kontraste sind bei einer gleichzeitig höheren Elektronenemission besser als bei Verwendung von Sauerstoff. Im Bereich der Körner M und N läßt sich

Figur 14: Der Kontrast nach Einlassen von Argon bei 360 K
(a) 10 Sekunden; (b) 30 Sekunden;
(c) 60 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

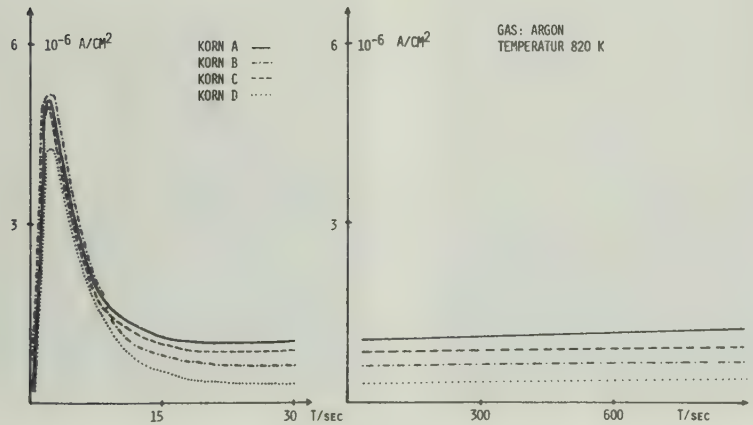
10 µm



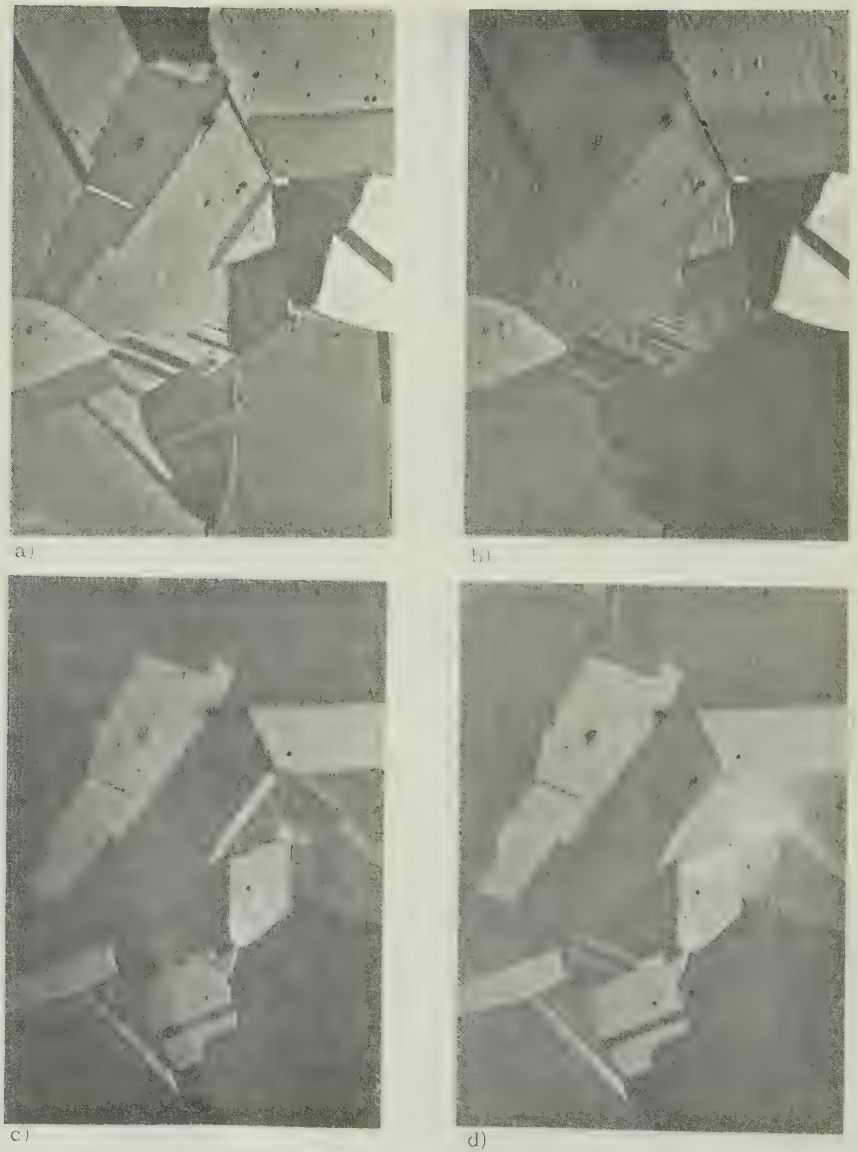
Figur 15: Der Kontrast nach Einlassen von Argon bei 580 K
(a) 10 Sekunden; (b) 60 Sekunden; (c) 300 Sekunden;
(d) 600 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß



Figur 16: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 580 K nach Einlassen von Argon



Figur 17: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 820 K nach Einlassen von Argon



Figur 18: Der Kontrast nach Einlassen von Argon bei 820 K
(a) 6 Sekunden; (b) 20 Sekunden; (c) 60 Sekunden;
(d) 600 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

der Beginn einer thermischen Desorption beobachten, die bei längerer Beobachtungszeit auch auf die Nachbarkörner übergreift (Fig18c, d).

Abschließend kann festgestellt werden, daß eine Belegung mit Argon im gesamten untersuchten Temperaturbereich einen guten Bildkontrast ergibt. Da zugleich der Emissionsstrom größer ist als bei Verwendung von Sauerstoff, ist Argon zur Reinigung der Probenoberfläche mittels Ionenbeschuß und zur kontrastreichen Abbildung gut geeignet.

1.1.3 Butan

Da bei den im Metioskop bestehenden Vakuumbedingungen stets Kohlenwasserstoffe im Restgas vorhanden sind, wurde auch der Einfluß solcher Belegungsschichten untersucht. Als Kohlenwasserstoffe wurden dabei Methan, Äthan, Butadien und Butan verwendet, wovon hier nur die Ergebnisse für Butan ausführlicher dargestellt sind.
Fig. 19, 20, 21 zeigen wieder Aufnahmen bei den Objekttemperaturen 360 K, 580 K und 820 K. Die Kontraste sind bei Verwendung von Butan für tiefere Temperaturen weniger gut ausgeprägt, während sich bei einer Objekttemperatur von 820 K und längerer Begasungszeit ein besonders guter Bildkontrast einstellt (Fig. 21).

Den Einfluß der Objekttemperatur auf die Elektronenemission nach dem Einlassen von Butan zeigen Fig. 22, Fig. 23 und Fig. 24.
Die Emissionsstromdichte ist bei 580 K etwas geringer wie bei einer Objekttemperatur von 360 K. Nach längerer Begasung tritt im Verlauf der Ausbeutekurven bei 580 K gegenüber Sauerstoff und Argon ein deutlicher Unterschied auf, indem sich weitere Maxima und Minima ausbilden. Ähnliche Ergebnissen wurden von anderen Autoren als Variation der Austrittsarbeit in Abhängigkeit von Monobelegungen gedeutet /17/. Ihre Messungen fanden allerdings unter UHV-Bedingungen statt, so daß die Aussagen nicht übernommen werden können.

a)

b)

c)

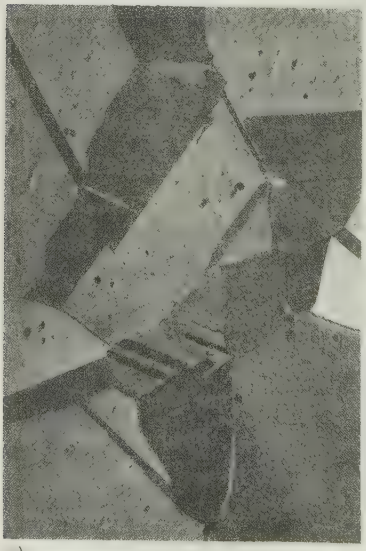
d)

Figur 19: Der Kontrast nach Einlassen von Butan bei 360 K
(a) 10 Sekunden; (b) 60 Sekunden; (c) 150 Sekunden;
(d) 300 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

Bild 20: Der Kugelkopf nach Zerreißen von Stufe 2a, 980 K
a) 10 Sekunden, b) 100 Sekunden nach der Reaktion
(Zeit-Temperatur)

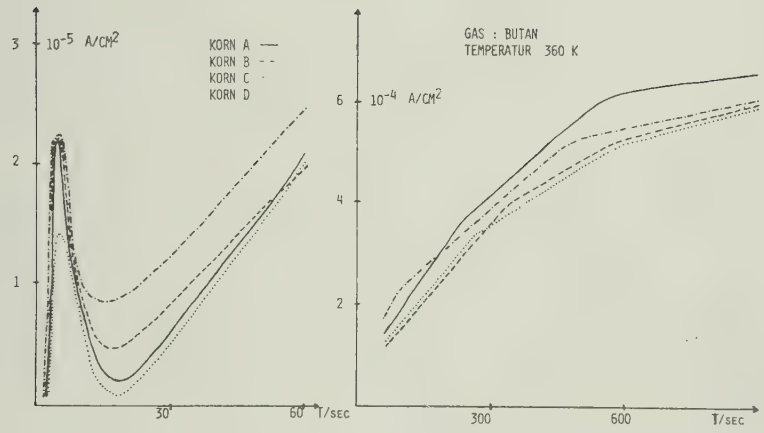
a)

b)

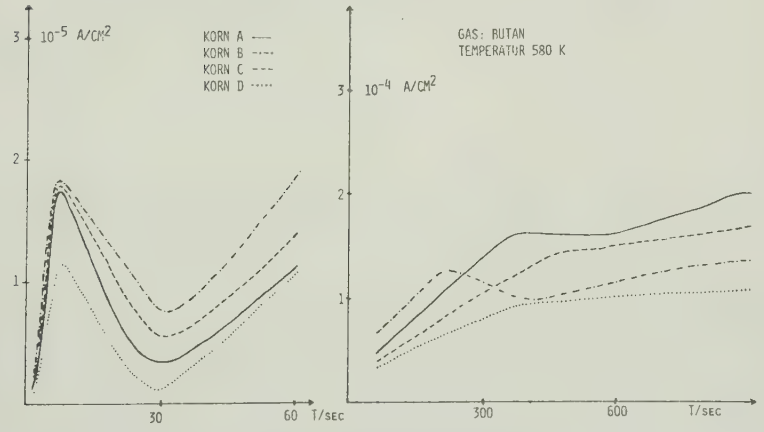


c)

Figur 31: Der Kontrast nach Einlassen von Butan bei 820 K
(a) 6 Sekunden; (b) 300 Sekunden; (c) 600 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß

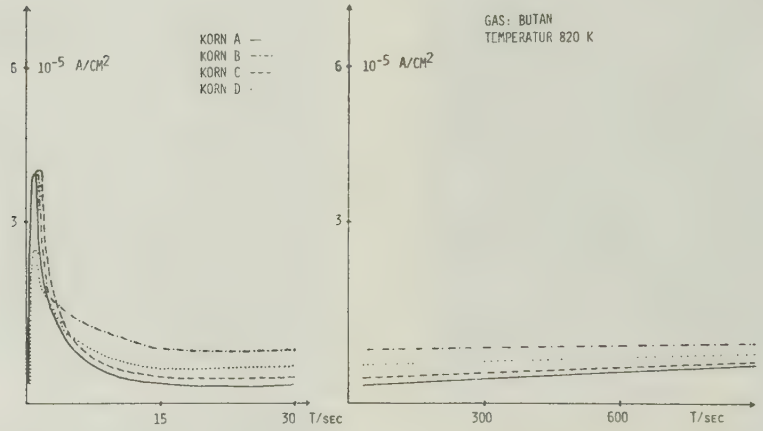


Figur 22: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 360 K nach Einlassen von Butan



Figur 23: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 580 K nach Einlassen von Butan

Der Verlauf der Ausbeutekurven bei 820 K (Fig. 24) entspricht wieder den Ergebnissen bei Sauerstoff (Fig. 12) und Argon (Fig. 17).



Figur 24: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms verschiedener Kristallkörner einer Kupferoberfläche bei einer Objekttemperatur von 820 K nach Einlassen von Butan

In Tabelle 1 sind jeweils für die Gase Sauerstoff, Argon und Butan bei den verschiedenen Temperaturen die Mittelwerte der Emissionsströme der vier Körner A bis D dargestellt.

Der Vergleich der Emissionsströme bei Verwendung verschiedener Gase zeigt, daß ein hoher Partialdruck von Butan bei Untersuchungen im PEM Metioskop KE 3 sehr vorteilhaft ist. In dem gesamten untersuchten Temperaturbereich nimmt die Bildhelligkeit bei einem Butan-Partialdruck von $3\ 10^{-3}$ Pa um über eine Größenordnung gegenüber den Werten bei Sauerstoff zu. Da gleichzeitig die Bild-

Kontraste sehr gut ausgebildet sind, bietet sich demnach die Möglichkeit, durch Einlassen von Butan in die Objektkammer des Mikroskops die Bildhelligkeit wesentlich zu erhöhen.
Außerdem ergibt sich aus Tabelle 1, daß für jedes Gas die Emission mit wachsender Temperatur sinkt und zwar zwischen 360 K und 820 K um etwa eine Größenordnung.

Gas	Temperatur in K	Emissionsstromdichte in A/cm^2
Sauerstoff	360	$2 \cdot 10^{-5}$
	580	$1{,}5 \cdot 10^{-6}$
	820	$5 \cdot 10^{-7}$
Argon	360	$3 \cdot 10^{-5}$
	580	$2 \cdot 10^{-5}$
	820	$8 \cdot 10^{-7}$
Butan	360	$6 \cdot 10^{-4}$
	580	$1 \cdot 10^{-4}$
	820	$8 \cdot 10^{-6}$

Tabelle 1 : Vergleich der Emissionsstromdichte
Mittelwerte der Körner A bis D

Ähnlich gute Bildkontraste und Elektronenemissionswerte wie mit Butan erzielt man auch mit Butadien. Bei der Verwendung von Methan und Äthan sind die Emissionswerte niedriger, so daß man vermuten kann, daß durch den höheren Kohlenstoffgehalt eine größere Emission bewirkt wird.
Bei einem erhöhten Partialdruck von Kohlendioxid waren die erzielbaren Endbildhelligkeiten deutlich geringer. Die Emissionswerte von Stickstoff lagen zwischen Argon und Butadien. Die Kontraste waren bei einer Begasung mit Stickstoff und Kohlendioxid durchweg gut.

1.2 Die Energieverteilung der Photoelektronen bei erhöhtem Partialdruck von Sauerstoff, Argon und Butan

Neben der Bildhelligkeit spielt auch die Energieverteilung der ausgelösten Photoelektronen in der Emissionselektronenmikroskopie eine besondere Rolle, da durch sie das Auflösungsvermögen begrenzt wird /18/. Für die Anwendung des PEM Metioskop KE 3 ist es daher wesentlich, daß eine Erhöhung der Bildhelligkeit, wie sie sich bei der Verwendung von Butan ergab, nicht mit einer starken Energieverbreiterung verbunden ist und daher mit einer schlechteren Bildauflösung erkauft werden muß.
Die Aufnahme der Energiespektren erfolgte unter den gleichen Bedingungen wie die Messung der Emissionsstromdichten. Es wurden keine Aperturblenden eingesetzt. Bei ausgeschwenkter Analysatorlinse wurde auf dem Endbildleuchtschirm der Verlauf des Emissionsstroms und die Kontrastausbildung verfolgt, mit dem Feinspalt über der Analysatorlinse die zu untersuchende Objektstelle ausgeblendet und nach der gewünschten Begasungsdauer die Analysatorlinse in den Strahlengang geschwenkt und das Spektrum registriert.
Parallel zu den Kontrastabbildungen wurden mehrere Aufnahmeserien

gemacht. Die Belichtungszeiten betrugen bis zu 30 Sekunden. Während dieser Zeit führte die Gasbelegung zu deutlichen Änderungen der Emission der frisch gereinigten Oberfläche, wie am Verlauf der Stromdichtekurven im Bereich des ersten Maximums zu erkennen ist. Daher treten hier auch größere Streuungen der Meßwerte der Energiehalbwertsbreiten auf.

Die Energiehalbwertsbreiten bei Verwendung von Sauerstoff sind in der Tabelle 2 für eine Objekttemperatur von 360 K und für 580 K aufgeführt. Man erkennt eine deutliche Abhängigkeit der Energiehalbwertsbreite von der Kornorientierung, der Begasungsdauer und der Objekttemperatur. Jeder in der Tabelle aufgeführte Meßwert ist ein Mittelwert aus i.a. fünf Messungen. Der mittlere Fehler beträgt 0,03 eV.

Temperatur in K	Korn	Beobachtungsdauer in Sekunden			
		60	120	300	600
360	A	0.41	0.43	0.51	0.57
	B	0.53	0.63	0.71	0.71
	C	0.29	0 31	0.37	0.39
	D	0.43	0.35	0.30	0.24
580	A	0.64	0.42	0.30	0.38
	B	0.61	0.57	0.53	0.51
	C	0.50	0.57	0.55	0.55
	D	0.56	0.60	0.59	0.62

Tabelle 2 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei erhöhtem Partialdruck von Sauerstoff

Bei der Objekttemperatur 580 K ist 60 Sekunden nach dem Einlassen von Sauerstoff die Energiehalbwertsbreite für alle Körner höher als bei 360 K. Bei einer Objekttemperatur von 820 K liegen die Halbwertsbreiten für alle Körner höher, und zwar zwischen 0.8 eV und 0.9 eV. Im Gegensatz zu den tieferen Temperaturen ändern sie sich während der Begasung nicht mehr wesentlich.

Werden dieselben Untersuchungen mit Argon anstelle von Sauerstoff durchgeführt (Tabelle 3), so liegen die Energiehalbwertsbreiten bei einer Objekttemperatur von 360 K und 580 K im allgemeinen höher während bei 820 K wieder Halbwertsbreiten von etwa 0,8 eV auftreten. Bei höherer Objekttemperatur erhält man demnach trotz wesentlich höherer Bildhelligkeit keine Verschlechterung der Bildauflösung.

Temperatur in K	Korn	Beobachtungsdauer in Sekunden			
		60	120	300	600
360	A	0.87	0.83	0.81	0.81
	B	0.81	0.81	0.86	0.86
	C	0.95	0.84	0.76	0.84
	D	0.68	0.72	0.72	0.72
580	A	0.86	0.59	0.59	0.57
	B	0.85	0.67	0.59	0.55
	C	0.83	0.62	0.57	0.50
	D	0.80	0.67	0.63	0.55

Tabelle 3 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei erhöhtem Partialdruck von Argon

Bei Verwendung von Butan fallen die Energiespektren bei 360 K deutlich breiter aus als bei Sauerstoff (Tabelle 4). Mit steigender Objekttemperatur werden die Energiehalbwertsbreiten zumeist schmäler und ergeben für 820 K wiederum für alle Körner einen Wert um 0.8 eV.

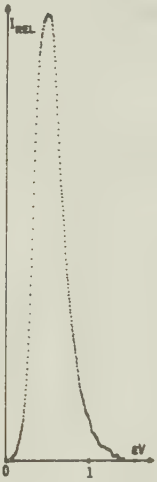
Temperatur in K	Korn	Beobachtungsdauer in Sekunden			
		60	120	300	600
360	A	0.67	0.79	0 94	1.13
	B	0.62	0.92	0.98	1.12
	C	0.62	0.59	0.78	0.81
	D	0.51	0.86	0.91	0.94
580	A	0.63	0.48	0.45	0.48
	B	0 79	0.77	0 58	0 55
	C	0 79	0 73	0.71	0.63
	D	0.69	0.69	0.69	0.72

Tabelle 4 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei erhöhtem Partialdruck von Butan

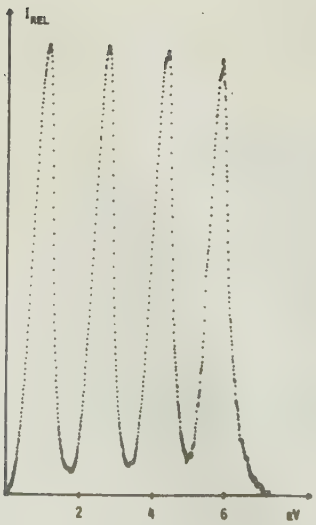
Da sich in Abschnitt 1.1 eine Erhöhung der Bildhelligkeit bei Verwendung von Butan gegenüber Sauerstoff und Argon um etwa eine Größenordnung ergeben hatte und eine entsprechend starke Verbreiterung der Energieverteilung nicht auftritt, ist eine Verschlechterung der Bildauflösung nicht zu befürchten. Ebenfalls erhält man deutliche Orientierungskontraste. Da ein erhöhter Partialdruck von Butan zu keiner Objektzerstörung führt, wie mehrere Versuchsreihen ergaben, ist Butan für eine kontrastreiche Abbildung von Kupfer mit großer Bildhelligkeit sehr gut geeignet.

Fig. 25 zeigt als Beispiel die Energieverteilung des Korn A bei Verwendung von Sauerstoff und Argon.

a)



b)



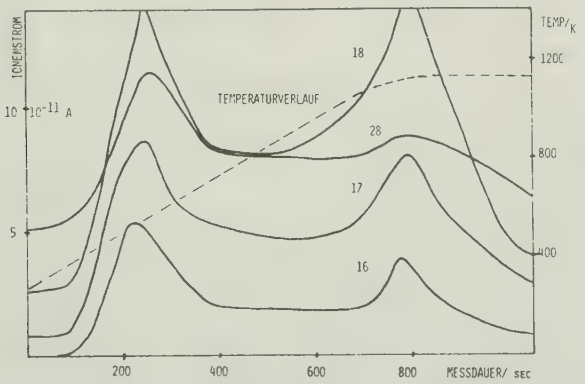
c)

Figur 25: Energiehalbwertsbreiten für das Korn A 600 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß
(a) Nach Einlassen von Sauerstoff bei 360 K
(b) Nach Einlassen von Sauerstoff bei 580 K
(c) Nach Einlassen von Argon bei bei 580 K (Abstand der Messungen 20 Sekunden)

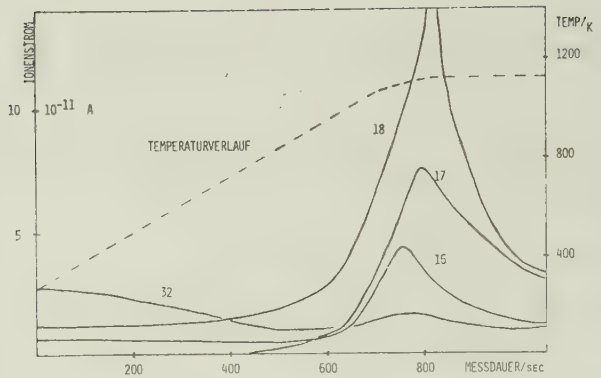
1.3 Untersuchung der Belegungsschichten mittels thermischer Desorption

Wie in Abschnitt 1.1 gezeigt wurde, kann die Photoelektronenausbeute durch Einlaß von Gasen in die Objektkammer des Metioskops KE 3 gesteuert werden. Die Massenanalyse während der thermischen Desorption der Belegungsschichten ermöglicht weitere Aussagen über deren Zusammensetzung /19/. Diese Untersuchungen wurden in einer Desorptionsmeßkammer durchgeführt, wie sie in Abschnitt II.4 dargestellt ist.
Die Kupferprobe wurde bei allen Desorptionsversuchen jeweils fünf Minuten lang begast, wobei die Kontrastausbildung verfolgt wurde.
In den folgenden Desorptionsspektren wird jeweils der zeitliche Verlauf während des Aufheizens der Probe für die stärksten Massenlinien des Massenspektrums dargestellt.

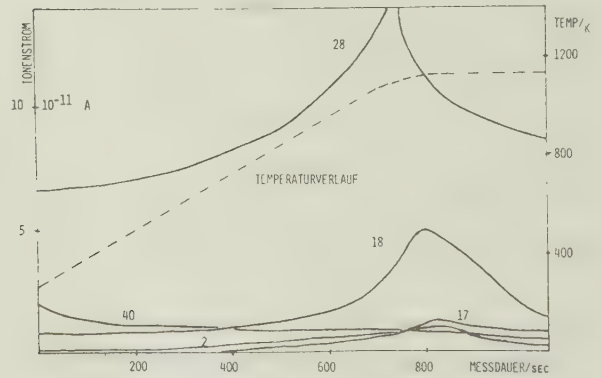
Fig. 26 zeigt die Desorptionsspektren nach einer Begasung mit Sauerstoff bei Raumtemperatur. Es sind die Ionenströme der Massen 16 (O^+), 17 (OH^+), 18 (H_2O^+) und 28 (N_2^+; CO^+) als Funktion der Meßdauer zusammen mit dem Temperaturverlauf des Objekts aufgeführt. Es treten zwei Desorptionspeaks bei etwa 500 K und 1000 K auf.



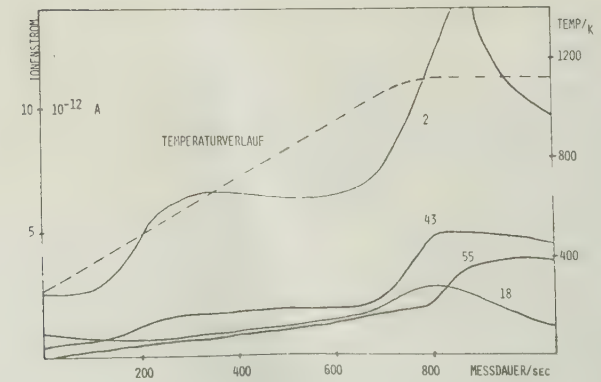
Figur 26: Desorptionsspektren nach Einlassen von Sauerstoff bei Raumtemperatur



a)



b)



c)

Figur 27: Desorptionsspektren nach Einlassen von (a) Sauerstoff; (b) Argon; (c) Butan bei 360 K

Durch die UV-Strahlung der vier Quecksilberhöchstdrucklampen während der Photoemission wird das Objekt im Mikroskop nach etwa einer Stunde auf 360 K aufgeheizt. Wird bei dieser Temperatur Sauerstoff eingelassen, so tritt der erste Desorptionspeak nicht auf, wie Fig. 27 zeigt. Mit steigender Temperatur nimmt die Masse 32 (O_2^+) bis zu einem Minimum bei 550 K langsam ab und erreicht bei etwa 1000 K ein flaches Maximum. In diesem Temperaturbereich tritt auch für die Massen 16, 17 und 18 jeweils ein Maximum auf.

Aus den Desorptionsspektren ergibt sich, daß die Desorptionspeaks aller Massen zeit- und temperaturkoinzident auftreten. Der Peak auf Masse 16 kann somit nicht nur als Adsorptionszustand des atomaren Sauerstoffs angesehen werden. Vermutlich wird diese Massenlinie durch Elektronenstoßdissoziation von desorbierendem H_2O und CO mit verursacht. Die hohe Intensität der Masse 18 läßt auf eine starke Desorption von Wasser schließen.

Bei den Desorptionsspektren nach einer Argon-Begasung tritt die Massenlinie für Argon (Massenzahl 40) mit geringer Intensität auf (Fig. 27b) und zeigt kein Desorptionsmaximum. Dagegen setzt bei den Massenlinien 2, 17 und 18 (H_2^+, OH^+, H_2O^+) sowie der intensitätsreichen Massenlinie 28 (N_2^+, CO^+) bei 800 K eine deutliche Desorption ein, wobei wieder bei etwa 1000 K Maxima auftreten.
Die Desorptionsspektren ergeben, daß bei der Begasung mit Argon infolge der vorgegebenen Vakuumbedingungen und mangelnder Reinheit des Argon-Gases (z. B. N_2-Verunreinigungen) außer Argon noch Belegungen anderer Gase an der Objektoberfläche vorhanden sind.

Nach einer Begasung mit Butan (Fig. 27c) bei 360 K tritt besonders stark die Massenlinie 2 (H_2^+) auf. Sie zeigt Desorptionsstufen. Außerdem sind in diesem Diagramm auch die Massen 43 ($C_3H_7^+$) und 55 ($C_4H_7^+$) dargestellt, die für Kohlenwasserstoffe charakteristisch sind /20/. Eine genauere Analyse der aufgewachsenen Belegungsschichten dürfte erst unter UHV-Bedingungen bei Verwendung eines

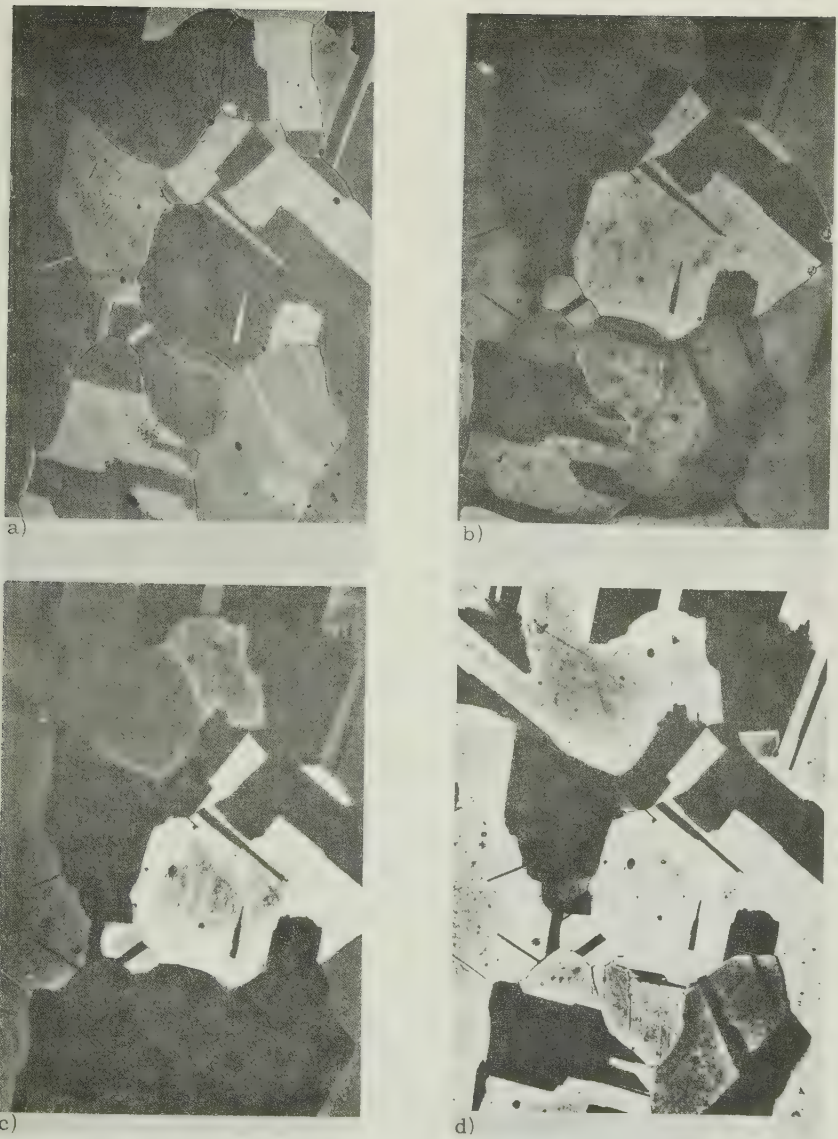
auch für höhere Massen empfindlichen Massenspektrometers zu erhalten sein.

Die Desorptionsspektren zeigen, daß die im Restgas des PEM Metioskop KE3 immer vorhandenen Anteile an Wasser und Sauerstoff einen erheblichen Einfluß auf die Zusammensetzung der Belegungsschichten haben dürften. Diese kann durch Erhöhen des Partialdrucks bestimmter Gase in der unmittelbaren Umgebung des Objekts geändert werden. So verringert sich die Anlagerung von Wasser auf der Objektoberfläche durch einen erhöhten Partialdruck von Argon oder Butan. Bei Butan werden dafür bevorzugt Moleküle des Testgases angelagert.

1.4 Beobachtung von Adsorptions- und Desorptionsvorgängen

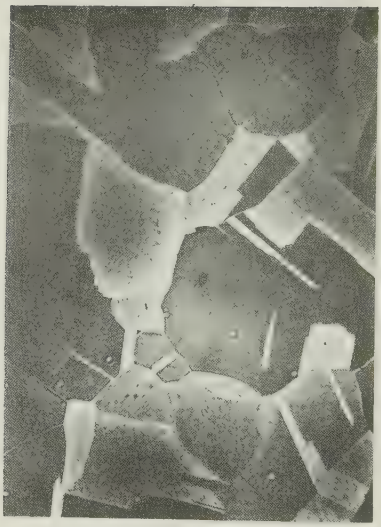
Mit wachsender Objektbelegung stellt sich zwischen Adsorption und Desorption ein Gleichgewicht ein. Dieser Gleichgewichtszustand wird im wesentlichen durch den Partialdruck der umgebenden Gasatmosphäre und der Objekttemperatur bestimmt. Nach den im Abschnitt 1.1 diskutierten Versuchsergebnissen erhält man bei einer Objekttemperatur von 820 K bereits 20 Sekunden nach der Reinigung der Objektoberfläche durch Ionenbeschuß keine wesentlichen Emissionsänderungen mehr. An verschiedenen Objektstellen läßt sich eine beginnende Desorption beobachten (Fig. 18). Bei Objekttemperaturen, die den Desorptionsmaxima entsprechen, lassen sich Desorptionserscheinungen besonders deutlich auf dem Bildschirm verfolgen.

Untersuchungen in diesem Temperaturbereich bieten demnach die Möglichkeit, den Verlauf der Adsorption und der Desorption auf der Objektoberfläche zu verfolgen. Durch langsames Ändern der Objekttemperatur und durch Verändern des Gaspartialdrucks an



Figur 28: Polykristalline Kupferoberfläche nach Belegung mit Sauerstoff bei 360 K
Kontraste bei (a) 750 K; (b) 900 K; (c) 980 K; (d) 980 K

10 µm



e)

f)

g)

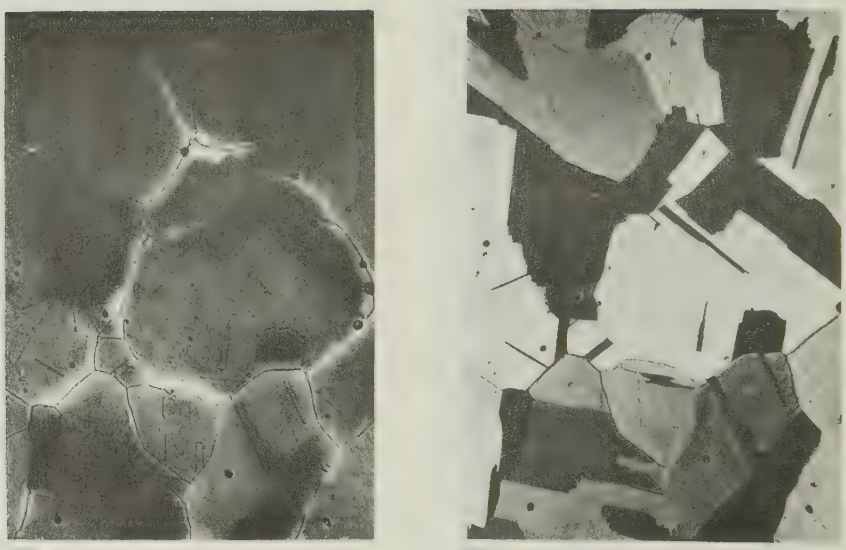
Figur 28: Kontraste bei verstärktem Sauerstoffeinlaß
(e) 980 K; (f) 750 K; (g) 600 K

10 µm

der Objektoberfläche können die Objektbereiche, an denen sich die Gase bevorzugt anlagern, festgestellt werden.

Die Untersuchungen wurden mit mehreren Gasen durchgeführt. Fig. 28a zeigt eine Objektstelle des polykristallinen Kupferobjekts, das bei 360 K mit Sauerstoff belegt worden war, bei einer Objekttemperatur von 750 K. Bei einer Erhöhung der Objekttemperatur bewirkt die Desorption deutliche Änderungen des Emissionsbildes (Fig. 28b). Die Kontraste haben sich über den ganzen Bildbereich geändert. Die dunklen Flecken sind noch verbliebene Reste einer Belegungsschicht. Bei einer weiteren Erhöhung der Objekttemperatur auf 980 K (Fig. 28c) desorbieren auch diese Schichten und man erhält die in Fig. 28d gezeigten Bildkontraste.
Die direkte Bildschirmbeobachtung ergab, daß die Desorption von den Korngrenzen ausgeht. Die sich in den Kornmitten befindenden dunkel emittierenden Felder sind Reste der auf den Körnern verbliebenen Adsorptionsschicht. Wird die Gaszufuhr erhöht, so findet an diesen Stellen bevorzugt eine Adsorption statt (Fig. 28e). Die sich in der Kornmitte befindenden Flecken breiten sich zu den Korngrenzen hin aus.
Wird anschließend die Objekttemperatur bei gleichbleibender Gaszufuhr erniedrigt, so beobachtet man bei 750 K das Aufwachsen einer neuen Adsorptionsschicht (Fig. 28f). Auch diese Adsorption erfolgt von der Kornmitte aus. Bei einer Objekttemperatur von 600 K erhält man die in Fig. 40g gezeigten Kontraste.

Mit allen untersuchten Gasen ergaben sich ähnliche Ergebnisse wie mit Sauerstoff, d.h. das Wechselspiel von Adsorption und Desorption läßt sich jeweils im Emissionsbild zurückverfolgen. Ein Beispiel entsprechenden Verhaltens mit Butan zeigt Fig. 29. Dabei wurde bei einer Objekttemperatur von 600 K der Partialdruck des Butans erniedrigt, was eine Desorption zur Folge hatte, die wieder an den Korngrenzen beginnend rasch über das ganze Korn erfolgte.



a) b)

Figur 29: Polykristalline Kupferoberfläche nach Belegung mit Butan
(a) Kontraste bei 600 K nach erniedrigtem Butaneinlaß
(b) Kontraste 20 Sekunden nach der Drosselung der Butanzufuhr

10 µm

Neben der Beobachtung von Adsorptions- und Desorptionsvorgängen konnten bei hohen Temperaturen auch Reaktionen der Objektoberfläche mit dem Restgas beobachtet werden. Als Beispiel wird hier nur die Reaktion der Kupferoberfläche mit Äthan bei 1050 K dargestellt (Fig. 30), was zu typischen Veränderungen der Oberfläche führt.

Figur 30: Polykristalline Kupferoberfläche nach Einlassen von Äthan bei 1050 K

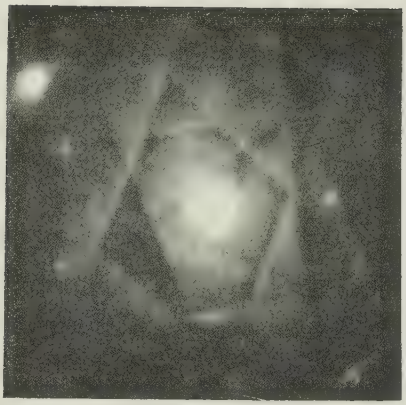
2. Untersuchungen an Kupfer-Epitaxieschichten

Da die bisher beschriebenen Untersuchungen an polykristallinen Kupferoberflächen ergaben, daß die einzelnen Körner verschiedener kristallographischen Orientierung stark unterschiedliches Adsorptionsverhalten zeigten, sollten in einer weiteren Versuchsreihe möglichst einkristalline Oberflächen untersucht werden /21/.

Sie wurden hier durch epitaktisches Aufdampfen von Kupfer auf erwärmte Steinsalzspaltflächen in der Präparationskammer des PEM Metioskops hergestellt /22/. Die Epitaxieschichten wachsen in der (100)-Orientierung auf und zeichnen sich durch hervorragende Einkristallgüte aus, wie am Auftreten von Kikuchi-Diagrammen im Beugungsbild freitragend präparierter Filme demonstriert wird (Fig. 31). Die Schichtdicke liegt zwischen 80 nm und 150 nm und ist groß gegen die Austrittstiefe der Photoelektronen /23/. Damit werden Einflüsse des Substrats auf die Photoausbeute und die Energieverteilung der Photoelektronen weitgehend ausgeschaltet.

Die Steinsalzsubstrate wurden an Luft parallel zur (100)-Fläche gespalten und im Heizpräparathalter des Metioskops KE 3 eingeschleust. Unmittelbar darauf wurden sie auf 650 K aufgeheizt und mit Kupfer von 99,999 % Reinheit bedampft. Die Aufdampfrate betrug 1 nm/s, das Vakuum 10^{-4} Pa. Ohne Unterbrechung des Vakuums wurden die Objekte in die Aufnahmestellung geschwenkt und standen für die Messungen zur Verfügung. Einflüsse durch eine mechanische Belastung oder durch Rückstände von Lösungs- und Poliermitteln, wie sie bei der üblichen Präparation massiver Festkörperoberflächen auftreten, konnten damit ausgeschlossen werden.

Zur Kontrolle der Einkristallgüte wurden die Filme nach Abschluß der Messungen durch vorsichtiges Auflösen des Steinsalzsubstrats in Wasser freitragend auf Objektträgernetze präpariert und im Transmissionselektronenmikroskop EM 9 der Firma Zeiss bei 60 kV Beschleunigungsspannung untersucht.

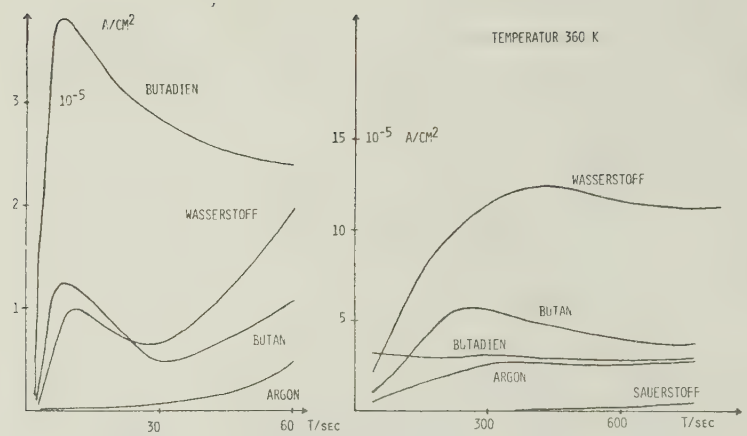


Figur 31: Kikuchi-Aufnahme an einer Kupfer-Epitaxieschicht in Durchstrahlung bei 60 kV

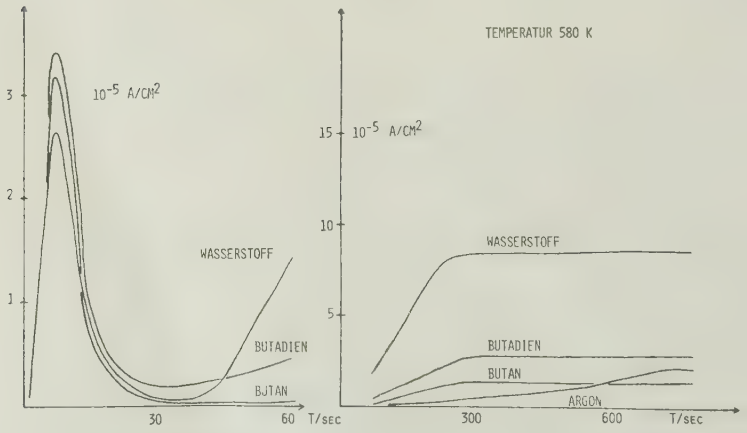
Die Beugungsbilder wiesen scharfe Kikuchi-Diagramme auf (Fig. 31), was auf gut ausgebildete Einkristalle hinweist. Der zum Beugungsbild beitragende Objektbereich wurde mittels der Bereichsblende auf 2 µm Durchmesser beschränkt.
Da das als Substrat dienende Steinsalz ab etwa 750 K zu verdampfen beginnt, wurden die Untersuchungen an den (100)-Epitaxieschichten nur bei 360 K und 580 K Objekttemperatur durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung an der Kathodenlinse wurde auf 30 kV gegenüber 36 kV bei der Untersuchung des polykristallinen Kupferobjekts gesenkt, wodurch Überschläge weitgehend vermieden werden konnten.

Die Energiehalbwertsbreiten, die nach einer Oberflächenbelegung mit den einzelnen Gasen gemessen wurden, wichen für die Epitaxieschichten zum Teil von denen des polykristallinen Kupferobjekts ab. Nach dem Einlassen von Butan ergab sich für 360 K Objekttemperatur eine Energiehalbwertsbreite von 0,63 eV, was dem beim polykristallinen Objekt gemessenen Wertebereich (0,51 - 0,67 eV) entspricht. Allerdings zeigte sich bei der einkristallinen Probe im Gegensatz zur polykristallinen keine wesentliche Änderung der Energieverteilung während der Beobachtungsdauer.
Für 580 K nimmt dagegen die Energiehalbwertsbreite von 0,64 eV nach 60 Sekunden auf 0,5 eV nach 10 Minuten ab. Für Argon erhält man Energiehalbwertsbreiten von 0,6 eV bei 360 K und 0,55 eV bei 580 K, die sich während des Aufwachsens der Gasbelegung nicht mehr wesentlich ändern und damit unterschiedliches Verhalten gegenüber den polykristallinen Proben (Tabelle 4) zeigen.
Die Emissionsstromdichte bei Verwendung von Sauerstoff, Argon, Butan, Butadien und Wasserstoff ist in Fig. 32 für360 K und in Fig. 33 für 580 K aufgezeichnet. Es ergab sich ein teilweise ähnlicher Verlauf der Ausbeutekurven wie am polykristallinen Objekt. Nach der Reinigung der Objektoberfläche durch Beschuß mit Ionen setzt mit Ausnahme von Argon und Sauerstoff für kurze Zeit eine starke Elektronenemission ein.

Der Emissionsstrom fällt anschließend auf einen minimalen Wert ab, um nach ungefähr 30 Sekunden wieder langsam anzusteigen.
Die maximale Emissionsstromdichte erhielt man in beiden Temperaturbereichen mit Wasserstoff als Testgas. Wird Sauerstoff eingelassen, so ergab sich bei einer Objekttemperatur von 580 K keine Emissionsstromsteigerung und bei 360 K führte die Begasung mit Sauerstoff erst nach 300 Sekunden zu einem meßbaren Anstieg der Elektronenemission.
Für Butadien ergab sich bei 360 K ein um den Faktor 3 höheres Anfangsemissionsstrommaximum gegenüber den anderen Gasen, während bei längerer Beobachtungsdauer Wasserstoff die stärkste Emission zeigte.
Wird Butan als Gas verwendet, so erhielt man im Vergleich zur polykristallinen Kupferprobe eine geringere Emissionsstromänderung. Bereits bei 360 K trat nach 300 Sekunden ein zusätzliches relatives Maximum auf. An dem polykristallinen Kupferobjekt fehlte dieses zweite Maximum bei 360 K ganz.
Ein Vergleich der Fig. 32 und Fig. 33 mit den entsprechenden Figuren der polykristallinen Probe (Argon Fig. 13, 16 ; Butan Fig. 22, 23) zeigt keinen Unterschied zwischen einkristalliner und polykristalliner Probe. Während bei Butan nach dem Reinigen der Probe etwa gleiche Emission auftritt, zeigt das polykristalline Objekt bei längerer Beobachtungsdauer ein um einen Faktor 10 größere Emission. Bei Argon erhält man etwa die gleichen Emissionswerte.
Durch Vergleich der nach (100)-orientierten Probe konnte nicht auf die Orientierung der Körner geschlossen werden, da sich die Epitaxieschicht von allen vier untersuchten Kristalliten A bis D im Emissionsverhalten unterschied. Mögliche Ursachen dafür sind : Im ausgewählten Bereich des polykristallinen Objekts ist kein Kristallit mit einer (100)-Orientierung vorhanden ; die unterschiedliche Vorbehandlung führt zu unterschiedlichem Emissionsverhalten ; Auswirkungen des Steinsalzsubstrats auf die Photoelektronenemission.



Figur 32: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionstroms bei Verwendung verschiedener Gase an einer nach (100)-orientierten Kupfer-Epitaxieschicht bei 360 K



Figur 33: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms bei Verwendung verschiedener Gase an einer nach (100)-orientierten Kupfer-Epitaxieschicht bei 580 K

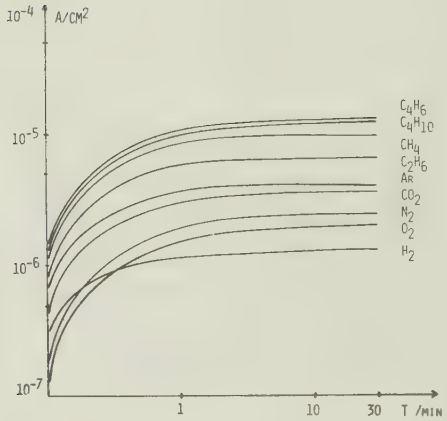
3. Untersuchungen an Silizium-Einkristallen

Die Beeinflussung der Elektronenemission bei Halbleitern durch verschiedene Gasbelegungsschichten wurde an Silizium-Einkristallflächen untersucht. Silizium ist ein Halbleiter mit einer Energiebandlücke von 1 - 2 eV und besitzt bereits bei Raumtemperatur eine genügend hohe Leitfähigkeit für Untersuchungen im PEM Metioskop KE 3, so daß keine weitere Präparation etwa durch Aufdampfen von leitenden Schichten notwendig ist /24/.
Die Austrittsarbeit setzt sich aus der Summe der Energiebandlücke und der Elektronenaffinität zusammen. Da währen der Versuche die Frequenz des eingestrahlten UV-Lichts festgehalten wurde und eine Veränderung der Energiebandlücke nicht vorliegt, wird die maximale Energie der Photoelektronen im wesentlichen durch die Elektronenaffinität bestimmt. Belegungsschichten beeinflussen die Elektronenaffinität des Silizium-Halbleiters und können zu Änderungen der Emissionsbedingungen führen /25/.

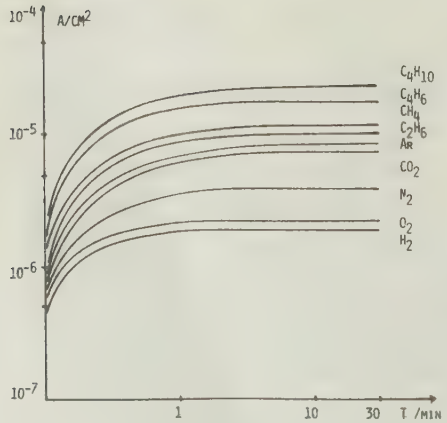
Die Untersuchungen wurden, wie im Abschnitt III beschrieben, für drei Temperaturen für die drei Kristalloberflächen (100), (110) und (111) durchgeführt. Die verwendeten Gase waren Helium, Argon, Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff, Butan und Butadien.
Der Verlauf der Emissionsstromdichtekurven ist in Fig. 34 in doppelt logarithmischen Maßstab für das (110)-orientierte Silizium-Objekt bei einer Objekttemperatur von 360 K aufgetragen. Nach einem steilen Anstieg der Elektronenemission innerhalb der ersten 60 Sekunden nach der Reinigung des Objekts durch Beschuß mit Ionen des Testgases, ergaben sich bei der Verwendung aller Gase kaum noch merkliche Emissionsstromänderungen, was ein deutlich unterschiedliches Verhalten gegenüber den Untersuchungen an Kupferoberflächen ergibt.

Die Emissionswerte unterscheiden sich für alle verwendeten Gase um etwa eine Größenordnung (Fig. 34). Fig. 35 zeigt den Verlauf der Ausbeutekurven für das (110)-orientierte Silizium-Objekt bei 580 K.

Ein Vergleich mit Fig. 34 zeigt, daß die Temperaturerhöhung nur eine geringe Steigerung der Emission bewirkt. Eine weitere Temperaturerhöhung auf 820 K reduziert die Emissionswerte wieder geringfügig.



Figur 34: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms an einem (110)-orientierten Siliziumobjekt bei 360 K



Figur 35: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms an einem (110)-orientierten Siliziumobjekt bei 580 K

In Tabelle 5 sind die gemessenen Maximalwerte der Elektronenemission für die drei untersuchten Siliziumoberflächen aufgeführt. Es ergab sich eine Abhängigkeit der Elektronenemission von der Orientierung, der Objekttemperatur und dem verwendeten Gas. Die stärkste Elektronenemission erhielt man für sämtliche untersuchten Orientierungen bei der Verwendung von Butan und Butadien.

Orientierung	Temperatur in K	Gasart					
		O_2	Ar	C_4H_{10}	C_4H_6	H_2	N_2
(100)	360	1.2	2.0	3.4	3.4	1.1	1.9
	580	1.3	1.5	4.9	4.5	1.6	1.4
	820	1.1	2.0	4.6	4.2	1.5	1.6
(110)	360	1.1	2.3	9.4	9.9	0.8	1.4
	580	1.1	4.5	11.1	9.8	1.0	2.9
	820	1.0	1.8	6.8	5.8	0.8	1.4
(111)	360	1.1	1.8	12.4	9.8	1.5	2.2
	580	1.2	2.9	13.6	11.3	1.0	1.7
	820	1.1	1.1	15.7	10.5	1.1	1.3

Tabelle 5 : Vergleich der Emissionsstromdichten bei erhöhtem Partialdruck verschiedener Gase
Meßwerte in 10^{-5} A/cm^2

Die Energieverteilung der ausgelösten Photoelektronen bei erhöhtem Partialdruck von Sauerstoff, Argon und Butan sind in Tabelle 6 für 360 K, in Tabelle 7 für 580 K und in Tabelle 8 für 820 K aufgeführt. Wie bei Kupfer ergab sich auch bei Silizium, daß die Verwendung von Butan eine hohe Bildintensität ergibt, ohne daß eine Auflösungsverschlechterung infolge Verbreiterung der Energieverteilung befürchtet werden muß.

Gas	Orientierung	Beobachtungsdauer in Sekunden				
		60	120	180	300	600
Sauerstoff	(100)	0.45	0 38	0.38	0.38	0.40
	(110)	0.67	0.62	0.59	0.58	0.56
	(111)	0.50	0.44	0.36	0.34	0.32
Argon	(100)	0.45	0.44	0.36	0.34	0.32
	(110)	0.61	0.60	0.58	0.58	0.58
	(111)	0 39	0.38	0.38	0.38	0.38
Butan	(100)	0.50	0.48	0.45	0.44	0.44
	(110)	0.51	0.53	0.53	0.54	0.54
	(111)	0.44	0.39	0.37	0.37	0.37

Tabelle 6 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei 360 K

Sauerstoff	(100)	0.41	0.45	0.47	0.50	0.50
	(110)	0.68	0.59	0.58	0.56	0.54
	(111)	0.53	0.49	0.45	0.45	0.44
Argon	(100)	0.47	0.47	0.48	0.50	0.50
	(110)	0.61	0.58	0.58	0.58	0.58
	(111)	0.59	0.58	0.58	0.58	0.58
Butan	(100)	0.50	0.48	0.46	0.44	0.44
	(110)	0.51	0.53	0.54	0.54	0.54
	(111)	0.63	0.56	0.47	0.44	0.44

Tabelle 7 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei 580 K

Sauerstoff	(100)	0.56	0.50	0.50	0.48	0.47
	(110)	0.39	0.42	0.45	0.45	0.45
	(111)	0.56	0.52	0.50	0.50	0.50
Argon	(100)	0.53	0.50	0.47	0.45	0.43
	(110)	0.39	0.45	0.49	0.50	0.50
	(111)	0.54	0.53	0.52	0.50	0.50
Butan	(100)	0.69	0.64	0.56	0.53	0.53
	(110)	0.39	0.40	0.45	0.48	0.48
	(111)	0.53	0.49	0.49	0.50	0.50

Tabelle 8 : Energiehalbwertsbreiten in eV bei 820 K

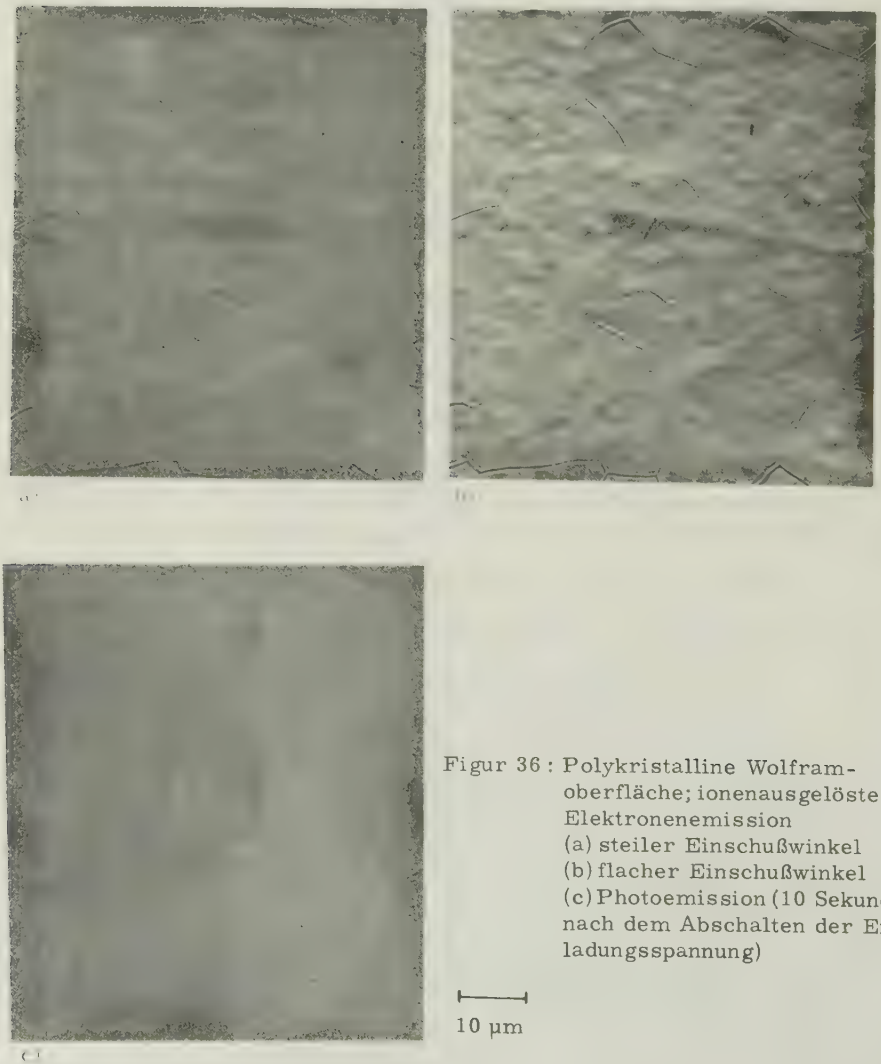
4. Untersuchungen an polykristallinen Wolframoberflächen

Neben Kupfer- und Siliziumobjekten wurden auch polykristalline Wolfram-, Molybdän-, Kobalt- und Nickeloberflächen untersucht. Diese Metalle zeigten im Gegensatz zu den beschriebenen Versuchen an Kupfer keine so starke Abhängigkeit der Bildhelligkeit und der Bildkontraste von den Restgasbedingungen. Im folgenden werden die Untersuchungen an Wolfram noch ausführlicher dargestellt.

Mehrmalige Kontrastumschläge wie bei Kupfer wurden an Wolframoberflächen nicht beobachtet. Etwa 30 Sekunden nach der Reinigung durch Ionenbeschuß stellten sich stabile Kontrastverhältnisse ein, die erst nach 20 Minuten langsam abflachten und durch die gewählte Gasart kaum beeinflußt werden konnten.
Vor den Untersuchungen wurden die Wolframobjekte in einer Hochvakuumaufdampfapparatur bei einem Druck von unter 10^{-4} Pa ausgeheizt und anschließend elektrolytisch poliert. Die auf diese Weise präparierten Objekte zeigten einen deutlichen Reliefkontrast, wie Fig. 36 demonstriert, wo die Auslösung der Elektronen durch Beschuß mit Argon-Ionen erfolgte (Fig. 36a). Fig. 36b zeigt die Steigerung des Reliefkontrastes bei Verwendung eines flachen Ioneneinschußwinkels. Der Orientierungskontrast ist kaum ausgebildet (Fig. 36c).

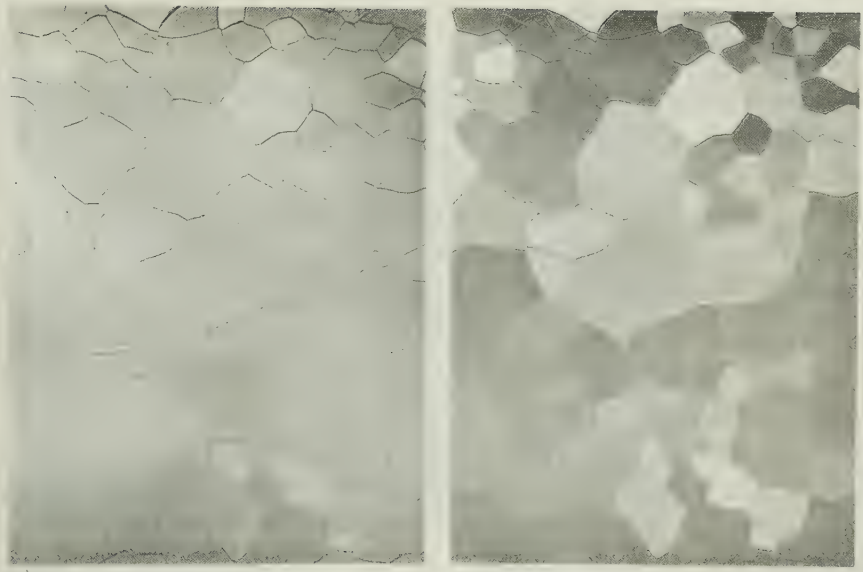
Der Verlauf der Stromdichtekurven bei Photoemission zeigte im Vergleich zu Kupfer und Silizium Unterschiede. So änderte sich die Bildhelligkeit bei Wolfram über einen sehr langen Zeitraum. Noch nach 90 Minuten wurde ein Anstieg der Emission beobachtet. Die größte Elektronenemissionsstromdichte erhielt man bei der Verwendung von Wasserstoff. Dabei ließen sich gute Kontraste erzielen, die sich mit wachsender Belegung der Objektoberfläche noch verstärkten (Fig. 37).
Wurde Butan in die Objektkammer eingelassen, so erhielt man die in Fig. 38 aufgeführten Stromdichtekurven. Bei einer Objekttemperatur

von 360 K erfolgte nach 90 Sekunden ein Abfall der Elektronenemission. Bei 580 K ergab sich derselbe Kurvenverlauf, wogegen bei noch höheren Temperaturen ein weiteres Maximum auftrat, was hier für eine Temperatur von 760 K gezeigt wird. Bei der Verwendung anderer Gase tritt dieses zweite Maximum nicht auf.

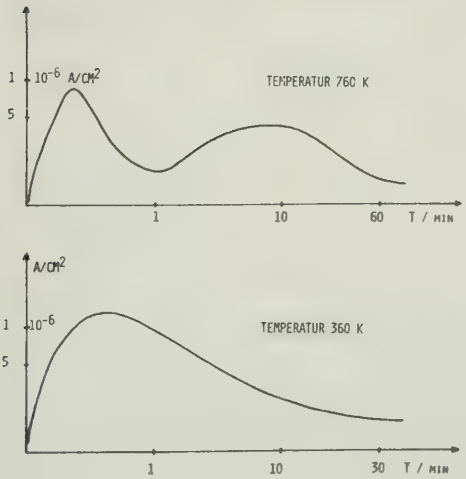


Figur 36 : Polykristalline Wolfram-oberfläche; ionenausgelöste Elektronenemission
(a) steiler Einschußwinkel
(b) flacher Einschußwinkel
(c) Photoemission (10 Sekunden nach dem Abschalten der Entladungsspannung)

10 µm



Figur 37 : Polykristalline Wolframoberfläche
(a) 10 Sekunden; (b) 60 Sekunden nach
der Reinigung durch Ionenbeschuß

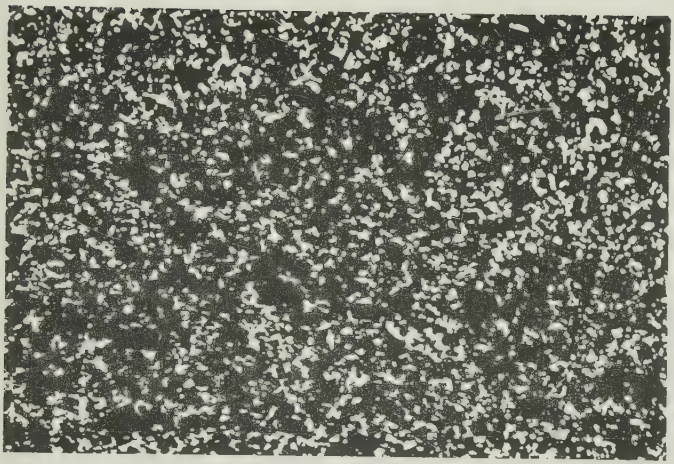


Figur 38 : Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms nach Einlassen von Butan

5. Untersuchungen an Hartmetallen

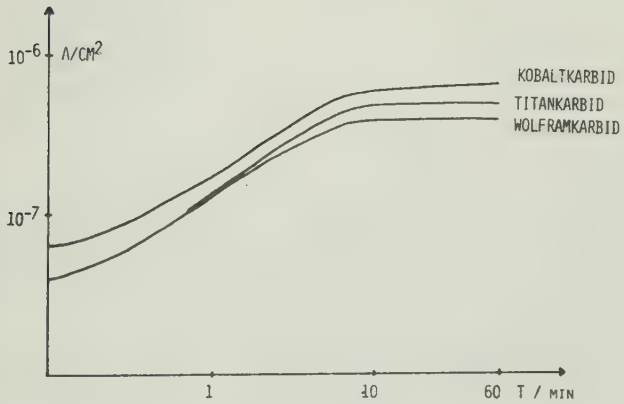
Am Beispiel eines Hartmetallobjekts sollte der Einfluß von Restgasbelegungsschichten auf den Materialkontrast untersucht werden. Unter dem Materialkontrast versteht man die Abhängigkeit der Emissionsstromdichte von der chemischen Zusammensetzung der Objektoberfläche. Dieser Kontrast ist im Photoemissions-Elektronenmikroskop deutlich ausgeprägt und wird zur Materialdifferenzierung herangezogen.

Fig. 39 zeigt das untersuchte Hartmetallobjekt 10 Minuten nach der Reinigung durch Beschuß mit Argon-Ionen. Die dunklen Bereiche sind Wolframkarbide, die grauen Titiankarbide und die heller emittierenden Stellen sind Kobaltkarbide.
Der Verlauf der Stromdichtekurven für die drei Metalle ist in Fig. 40 aufgeführt. Eine deutliche Materialdifferenzierung der drei Karbide ergab sich erst nach etwa 4 Minuten.
Bei erhöhtem Partialdruck von Sauerstoff war die erzielte Bildhelligkeit um etwa 60 %, bei erhöhtem Partialdruck von Argon etwa 25 % niedriger als bei Butaneinlaß. Eine Kontrastbeeinflussung durch die Art der verwendeten Gassorte wurde nicht beobachtet.



Figur 39: Hartmetallobjekt

10 µm



Figur 40: Die zeitliche Abhängigkeit des Emissionsstroms für Wolframkarbid, Titankarbid und Kobaltkarbid

IV. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde gezeigt, daß durch eine kontrollierte Zugabe von Gasen in die Objektkammer des Photoemissions-Elektronen-Mikroskops Metioskop KE 3 die photoelektrische Ausbeute, der Bildkontrast und die Energieverteilung der ausgelösten Photoelektronen beeinflußt werden können. Die so erzielten Bildkontrast- und Bildhelligkeitssteigerungen sind für die Anwendung des PEM nützlich.

Die Endbildhelligkeit wurde mittels eines Faradaykäfigs in der Endbildebene und eines schnellregistrierenden Picoampèremeters gemessen. Die Energieverteilung der Photoelektronen wurde mit einem elektrostatischen Energieanalysator nach Möllenstedt aufgenommen. Die Analysatorlinse konnte während des Betriebs des Mikroskops in den Strahlengang geschwenkt werden, so daß die Möglichkeiten zur Oberflächenabbildung nicht eingeschränkt wurden. Zur Analyse der aufgewachsenen Belegungsschichten wurde eine Desorptionsvorrichtung an die Präparationskammer des Mikroskops gebaut. Mittels thermischer Desorption und Massenanalyse mit einem Quadrupol-Massenspektrometer konnte die Zusammensetzung der Schichten qualitativ bestimmt werden.

Als Objekte wurden polykristalline Kupfer- und Wolframoberflächen, sowie Silizium-Einkristalle verschiedener Orientierung und Hartmetall gewählt. Die Objekte waren mechanisch und elektrolytisch poliert worden. Zum Vergleich mit diesen vorbehandelten Objekten wurden im Mikroskop Kupfer-Einkristallschichten durch epitaktisches Aufdampfen auf Steinsalzspaltflächen hergestellt und untersucht. Elektronenbeugungsaufnahmen im Transmissions-Elektronenmikroskop ergaben, daß die Epitaxieschichten nach (100)-orientiert sind.
Als Gase wurden Argon, Helium, Sauerstoff, Stickstoff, Kohlendioxid, Wasserstoff, Methan Äthan, Butadien, Butan und Dymethylalkohol verwendet. Der Druck im Metioskop KE 3 beträgt üblicherweise 10^{-5} Pa. Die Versuche wurden bei 10^{-3} Pa durchgeführt und erstreckten sich auf eine Beobachtungsdauer bis zu zwei Stunden. Die Untersuchungen

wurden bei mindestens drei Objekttemperaturen durchgeführt. Vor allem Kupfer zeigte eine deutliche Abhängigkeit der photoelektrischen Ausbeute und des Bildkontrastes von der Gasart, der Objekttemperatur und der Beobachtungsdauer. So konnte durch Verwendung von Butan die Bildhelligkeit an Kupfer um über eine Größenordnung gesteigert werden, ohne daß dabei im Vergleich mit den anderen Gasen eine stärkere Energieverbreiterung eintrat. Daher ist keine Auflösungsverschlechterung zu befürchten. Besonders bei Hochtemperaturversuchen erwies sich ein erhöhter Partialdruck von Butan für eine kontrastreiche Abbildung bei hoher Bildhelligkeit als vorteilhaft.

An den epitaktisch hergestellten Kupfer - Einkristallschichten ergab sich die stärkste Emissionsstromsteigerung, wenn Wasserstoff als Gas verwendet wurde. Bei den untersuchten Silizium - Einkristallen erhielt man die größte photoelektrische Ausbeute bei Einlaß von Butan und Butadien. Die Bildhelligkeit nahm um etwa eine Größenordnung zu. Im Gegensatz zu Kupfer änderte sich die Elektronenemission nach 90 Sekunden Beobachtungsdauer nicht mehr wesentlich. An den polykristallinen Wolframobjekten traten dagegen noch nach 60 Minuten Änderungen der Bildhelligkeit auf.

Einen wesentlichen Einfluß auf die Zusammensetzung der Belegungsschichten haben die im Restgas des Mikroskops immer vorhandenen Anteile an Sauerstoff und Wasser. Ein erhöhter Partialdruck von Argon oder Butan verringerte die Anlagerung von Wasser auf der Objektoberfläche. Stattdessen wurden bevorzugt Moleküle des Testgases angelagert. Die damit verbundenen Austrittsarbeitsänderungen bewirkten die dargestellten Kontraständerungen.

Durch Beobachtung des Endbildes wurde der Verlauf der Adsorption und Desorption an einer polykristallinen Kupferoberfläche untersucht. Es zeigte sich, daß die Desorption von Belegungsschichten von den Korngrenzen ausgeht und entsprechend die Adsorption zu den Korngrenzen hin erfolgt.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei an dieser Stelle für apparative Unterstützung gedankt. Besonders danke ich den Herren Prof. Dr. G. Möllenstedt, Prof. Dr. K. H. Gaukler und Dr. R. Schwarzer für Anregungen und wertvolle Diskussionen.

Literaturverzeichnis

(1) K. H. Gaukler, R. Schwarzer, Messtechnik 10(1973)307-316
Chr. Edelmann, G. Schikora, Exp. Techn. Phys. 18(1970)301-309
E. A. Soa, Exp. Techn. Phys. 13(1965)10-16
U. Decker, Z. Phys. 172(1963)556-562

(2) J. Hofmeister, R. Schwarzer, Phys. Letters 53A4(1975)283-284
W. Engel, Dissertation FU Berlin 1968

(3) R. Schwarzer, Dissertation Tübingen 1975
R. Schwarzer, Optik 44(1975)61-78
W. Dietrich, H. Seiler, Z. Phys. 157(1960)576-585
L. Y. Huang, Z. Phys. 149(1957)225-233

(4) L. Wegmann, Z. angew. Phys. 27(1969)199-204
Chr. Zaminer, R. Graber, L. Wegmann, J. Vac. Science Technol. 6(1969)269-272
K. Schur, G. Pfefferkorn, BEDO 6(1973)519-540
K. Schur, R. Huster, Microscopia Acta 80(1978)im Druck

(5) C. C. Chang, Surface Science 23(1970)283-298

(6) L. Wegmann, Pract. Metallogr. 5(1968)241-263

(7) U. Fritz, Diplomarbeit Tübingen 1975
U. Fritz, R. Schwarzer, BEDO 9(1976)im Druck

(8) J. A. Becker, Solid State Phys. 7(1958)379 424
A. M. Brodskii, Yu. Ya. Gurevich, S. V. Sherberstov, Soviet Physics JETP 36(1973)948-956
V. Ponec, Z. Knor, S. Cerny, "Adsorption on Solids", Butterworth & CO., London 1974

(9) Chr. Edelmann, G. Schikora, Exp. Techn. Phys. 18(1970)301-309

(10) G. Möllenstedt, Optik 5(1949)499-517
R. Schwarzer, Optik 44(1975)61-78

(11) R. D. Craig, E. H. Harden, Vacuum 16(1966)67 73

(12) H. Eppler, H. Selhofer, Thermochimica Acta 20(1977)45-52

(13) G. A. Haas, R. E. Thomas, Journal of Applied Physics 48(1977)86-93

(14) E. Bauer, H. Poppa, Y. Viswanath, Surface Science 58(1976)517-549

E. Bauer, H. Poppa, G. Todd, F. Bonczek, Journ. of Appl. Phys. 45(1974)5164-5175

E. Bauer, H. Poppa, Thin Solid Films, 12(1972)167

K. Besocke, H. Wagner, Physical Review B 8(1973)4597-4600

R. Jaeckel, B. Wagner, Vacuum 13(1969)509–511

B. J. Hopkins, G. R. Shah, Vacuum 22(1972)267-271

(15) R. Graber, M. Gribi, L. Wegmann, Proc. 4th Eur. Reg. Conf. on Electron Microscopy, Rom 1968, Seite 111

K. H. Gaukler, R. Schwarzer, Meßtechnik 10(1973)307-316

(16) W. Engel, Dissertation FU Berlin 1968

G. L. Weissler; in Handbuch der Physik XXI(1956)342-382

(17) B. J. Hopkins, G. R. Shah, Vacuum 22(1972)267-271

J. W. Gadzuk, Surface Science 18(1969)193-203

(18) A. Recknagel, Z. Phys. 117(1941)689-708

(19) P. A. Redhead, Vacuum (1962)203-211

H. Eppler, H. Selhofer, Thermochimica Acta 20(1977)45-52

(20) R. D. Craig, E. H. Harden, Vacuum 16(1966)67-73

(21) G. Wedler; "Adsorption", Verlag Chemie GmbH, Weinheim 1970

G. Ertl, Ber. Bunsnges. 75(1971)967-979

(22) U. Fritz, R. Schwarzer, G. Möllenstedt, Bedo 10(1977)im Druck

(23) P. J. Vernier; Prog. in Optics 14(1976)245-325; Hrsgb. E. Wolf, North-Holland Amsterdam-Oxford 1976

(24) Chr. Zaminer, Optik 31(1970)116

H. D. Dannöhl, L. Wegmann, 7. Congr. Int. de Micr. Electronique Grenoble 1970, Vol. I, 185

(25) J. T. Law; Semiconductor Surfaces, in: Semiconductors ed. by N. B. Hannay, Chap. 16, Reinhold Publ. Corp. N. Y. 1959

Lebenslauf

15.	4.	1948	Geburt in Ulm, Kreis Ulm
28.	4.	1954	Besuch der Volksschule in Heidenheim
		1958	Eintritt in die Freie Waldorfschule Heidenheim
August		1959	Umzug nach Böblingen Besuch der Freien Waldorfschule Tübingen
27.	6.	1967	Ablegung der Reifeprüfung
1.	10.	1967	Einberufung in die Bundeswehr zur Ableistung des Grundwehrdienstes
1.	3.	1969	Entlassung aus der Bundeswehr
15.	4.	1969	Beginn des Studiums der Physik an der Universität Tübingen
21.	10.	1971	Vordiplom in Physik
1.	4.	1972	Umzug nach Herrenberg-Mönchberg
4.	8.	1972	Eheschließung
	WS	73/74	Beginn des Zweitstudiums der Volkswirtschaftslehre an der Universtät Tübingen
23.	10.	1974	Zwischenprüfung in Volkswirtschaft
	WS	74/75	Beginn meiner Diplomarbeit unter der Anleitung von Prof. Dr. G. Möllenstedt und Prof. Dr. K. H. Gaukler
22.	12.	1975	Diplom in Physik Beginn meiner Promotion unter der Anleitung von Prof. Dr. G. Möllenstedt
13.	1.	1978	Ernennung zum Studienreferendar

Meine akademischen Lehrer waren die Herren Professoren und Dozenten:

M. Auwärter, M. Baumann, W. Braunbek, G. Elwert, K. H. Gaukler, E. Kasper, P. Kramer, H. Krüger, F. Lenz, G. Mack, G. Mitter, G. Möllenstedt, R. Mühleisen, W. Rüdorff, H. Sailer, H. Sohr, R. Speidel, H. Stumpf, J. Sommer, H. Wieland, K. Wildermuth.